

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-194970

(43)Date of publication of application : 03.08.1993

(51)Int.Cl.

C10M107/38  
G11B 5/71  
// C10N 30:06  
C10N 40:18

(21)Application number : 04-200130

(71)Applicant : SONY CORP

(22)Date of filing : 06.07.1992

(72)Inventor : KONDO HIROFUMI  
SEKI ATSUSHI  
KAMEI TAKAHIRO  
TANAKA KOICHI

(30)Priority

Priority number : 03169523 Priority date : 10.07.1991 Priority country : JP  
03198052 07.08.1991

JP

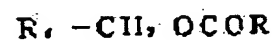
(54) LUBRICANT AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM COATED THEREWITH

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a lubricant which can exhibit excellent lubricating properties under various conditions of use by esterifying a perfluoropolyether terminated with hydroxyl or like groups with a long-chain carboxylic acid or the like.

CONSTITUTION: A lubricant comprising an ester of formula I or II (wherein R<sub>1</sub> is a perfluoropolyether chain; and R alkyl or fluoroalkyl) which is a compound of a perfluoropolyether terminated with hydroxyl groups with a long-chain carboxylic acid. Alternatively, a lubricant comprising an ester of a perfluoropolyether terminated with carboxyl groups with a long-chain alcohol of formula III or IV (wherein R<sub>1</sub> and R<sub>2</sub> are as defined above).

These lubricants can exhibit excellent lubricating properties under any condition of uses, can retain their effects for a long time, and can improve markedly the running properties and durability of the medium, when applied to the surface of a magnetic layer as lubricants.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

02.07.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

03.09.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's  
decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of  
rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## \* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

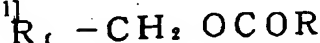
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## CLAIMS

[Claim(s)]

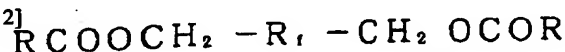
[Claim 1] Lubricant characterized by consisting of an ester compound which is a compound of the perfluoro polyether and long-chain carboxylic acid which have a hydroxyl group at the end, and is shown by following \*\* 1 or \*\* 2.

[Formula 1]



[但し、上式中、 $R_1$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。]

[Formula 2]



[但し、上式中、 $R_1$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。]

[Claim 2] Lubricant characterized by consisting of an ester compound which is a compound of the perfluoro polyether and long-chain alcohol which have a carboxyl group at the end, and is shown by following \*\* 3 or \*\* 4.

[Formula 3]



[但し、上式中、 $R_1$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。]

[Formula 4]



[但し、上式中、 $R_1$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。]

[Claim 3] Lubricant characterized by consisting of an ester compound which is a compound with the carboxylic acid which has the alkyl group fluoride shown by the perfluoro polyether which has a hydroxyl group at the end, and following \*\* 5, and is shown by following \*\* 6 or \*\* 7.

[Formula 5]



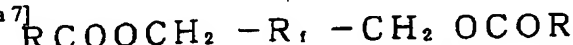
[但し、上式中、 $R$  は炭素数 7 ~ 30 のフッ化アルキル基を表す。]

[Formula 6]



[但し、上式中、 $R_1$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。]

[Formula 7]



[但し、上式中、 $R_1$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。]

[Claim 4] Lubricant characterized by consisting of an ester compound which is a compound with the alcohol which has the alkyl group fluoride shown by the perfluoro polyether which has a carboxyl group at the end, and following \*\* 8, and is shown by following \*\* 9 or \*\*

10.

[Formula 8]  
 $\text{ROH}$ 

〔但し、上式中、Rは炭素数7～30のフッ化アルキル基を表す。〕

[Formula 9]  
 $\text{R}_1 - \text{COOR}$ 〔但し、上式中、R<sub>1</sub>はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、Rはアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕[Formula 10]  
 $\text{ROOC} - \text{R}_1 - \text{COOR}$ 〔但し、上式中、R<sub>1</sub>はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、Rはアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

[Claim 5] The magnetic-recording medium characterized by holding the lubricant which consists of an ester compound which is a compound of the perfluoro polyether and long-chain carboxylic acid which have a hydroxyl group at the end in the front face of the above-mentioned magnetic layer in the magnetic-recording medium which comes to have a magnetic layer on a nonmagnetic base material at least, and is shown by following \*\* 11 or \*\* 12.

[Formula 11]  
 $\text{R}_1 - \text{CH}_2 \text{OCOR}$ 〔但し、上式中、R<sub>1</sub>はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、Rはアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕[Formula 12]  
 $\text{RCOOCH}_2 - \text{R}_1 - \text{CH}_2 \text{OCOR}$ 〔但し、上式中、R<sub>1</sub>はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、Rはアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕[Claim 6] The above-mentioned lubricant is 0.5 - 100 mg/m<sup>2</sup> to the front face of a magnetic layer. Magnetic-recording medium according to claim 5 characterized by being applied at a rate.

[Claim 7] The magnetic-recording medium characterized by holding the lubricant which consists of an ester compound which is a compound of the perfluoro polyether and long-chain alcohol which have a carboxyl group at the end in the front face of the above-mentioned magnetic layer in the magnetic-recording medium which comes to have a magnetic layer on a nonmagnetic base material at least, and is shown by following \*\* 13 or \*\* 14.

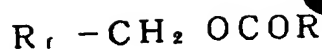
[Formula 13]  
 $\text{R}_1 - \text{COOR}$ 〔但し、上式中、R<sub>1</sub>はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、Rはアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕[Formula 14]  
 $\text{ROOC} - \text{R}_1 - \text{COOR}$ 〔但し、上式中、R<sub>1</sub>はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、Rはアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕[Claim 8] The above-mentioned lubricant is 0.5 - 100 mg/m<sup>2</sup> to the front face of a magnetic layer. Magnetic-recording medium according to claim 7 characterized by being applied at a rate.

[Claim 9] The magnetic-recording medium characterized by holding the lubricant which consists of an ester compound which is a compound with the carboxylic acid which has the alkyl group fluoride shown in the magnetic-recording medium which comes to have a magnetic layer on a nonmagnetic base material at least by the perfluoro polyether which has a hydroxyl group at the end in the front face of the above-mentioned magnetic layer, and following \*\* 15, and is shown by following \*\* 16 or \*\* 17.

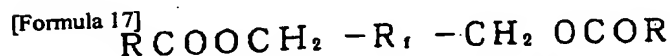
[Formula 15]  
 $\text{RCOOH}$ 

〔但し、上式中、Rは炭素数7～30のフッ化アルキル基を表す。〕

[Formula 16]



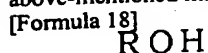
[但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。]



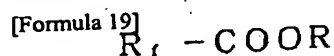
[但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。]

[Claim 10] The above-mentioned lubricant is 0.5 - 100 mg/m<sup>2</sup> to the front face of a magnetic layer. Magnetic-recording medium according to claim 10 characterized by being applied at a rate.

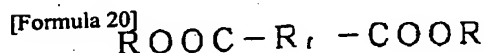
[Claim 11] The magnetic-recording medium characterized by holding the lubricant which consists of an ester compound which is a compound with the alcohol which has the alkyl group fluoride shown in the magnetic-recording medium which comes to have a magnetic layer on a nonmagnetic base material at least by the perfluoro polyether which has a carboxyl group at the end in the front face of the above-mentioned magnetic layer, and following \*\* 18, and is shown by following \*\* 19 or \*\* 20.



[但し、上式中、 $R$  は炭素数 7 ~ 30 のフッ化アルキル基を表す。]



[但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。]



[但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。]

[Claim 12] The above-mentioned lubricant is 0.5 - 100 mg/m<sup>2</sup> to the front face of a magnetic layer. Magnetic-recording medium according to claim 11 characterized by being applied at a rate.

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the magnetic-recording medium using the lubricant and it in magnetic-recording media, such as a magnetic tape and a magnetic disk.

[0002]

[Description of the Prior Art] For example, there are many troubles -- performance traverse and endurance are [ that put a ferromagnetic metallic material on the front face of a nonmagnetic base material by technique, such as vacuum evaporation, the substantial touch area to slide members, such as the magnetic head and a guide roller, is large, therefore coefficient of friction becomes large by the so-called metal magnetic-thin-film type which made this the magnetic layer of magnetic-recording medium since the smooth nature on the front face of a magnetic layer is very good and an adhesion phenomenon (the so-called ball up) tends to occur ] missing.

[0003] Then, in order to improve these troubles, using various kinds of lubricant is examined, and the attempt which is going to stop coefficient of friction is carried out by carrying out topcoat of a higher fatty acid, its ester, etc. to the magnetic layer of the above-mentioned magnetic-recording medium conventionally.

[0004] By the way, it is difficult for the actual condition to correspond with the lubricant which a very severe property is required of the lubricant used for a magnetic-recording medium on the property, and is conventionally used for it.

[0005] That is, it is equal to the activity of that it can apply to the lubricant used for a magnetic-recording medium very thinly since a spacing with excelling in a low-temperature property and (2) magnetic heads poses [ the predetermined lubrication effectiveness ] a problem so that may be secured on the occasion of an activity in (1) cold district, that lubricating properties sufficient also in such a case are demonstrated, (3) long duration, or long duration, and it is required that the lubrication effectiveness should continue etc.

[0006] However, on the low temperature services following 0 degree C, it freezes and solidifies, and the function as lubricant is spoiled or the higher fatty acid currently used conventionally, its ester, etc. are in the inclination for the endurance of long duration to be missing. Moreover, although the approach of using perfluoro polyethers as lubricant is also proposed, it cannot be said that it is an ingredient not necessarily desirable in respect of an environmental problem etc. since a perfluoro polyether shows solubility only to a chlorofluocarbon system solvent.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Thus, in the field of magnetic \*\*\*\*\*, it originated insufficient [ the capacity of the lubricant used ] and has left the dissatisfaction to practical use properties, such as performance traverse and endurance. Then, this invention aims at offering the magnetic-recording medium excellent in performance traverse, abrasion resistance, endurance, etc. while it offers the lubricant which demonstrates the lubricity which was excellent under [ various ] the service condition.

[0008]

[Means for Solving the Problem] By using as lubricant an ester compound with the carboxylic acid which has the perfluoro polyether, long-chain carboxylic-acid, or alkyl group fluoride which has a hydroxyl group at the end as a result of repeating research wholeheartedly with what does not attain the above-mentioned object, and an ester compound with the alcohol which has the perfluoro polyether, long-chain alcohol, or alkyl group fluoride which has a carboxyl group at the end, this invention person etc. finds out that the outstanding lubrication effectiveness is acquired, and came to complete this invention.

[0009] That is, the lubricant concerning the 1st thru/or invention of the 4th of this application is characterized by consisting of an ester compound with the carboxylic acid which has the perfluoro polyether, long-chain carboxylic-acid, or alkyl group fluoride which has a hydroxyl group at the end, and an ester compound with the alcohol which has the perfluoro polyether, long-chain alcohol, or alkyl group fluoride which has a carboxyl group at the end.

[0010] Moreover, the magnetic-recording medium concerning the 5th thru/or invention of the 8th of this application is characterized by holding the lubricant in the above-mentioned 1st thru/or the 4th above-mentioned invention on the front face of the above-mentioned magnetic layer in the magnetic-recording medium which comes to have a magnetic layer on a nonmagnetic base material at least.

[0011] The lubricant which the lubricant concerning the 1st thru/or invention of the 2nd of this application becomes an end from the ester compound of the perfluoro polyether which has a hydroxyl group or a carboxyl group, and a long-chain carboxylic acid or long-chain alcohol, and is applied to the 3rd thru/or invention of the 4th of this application becomes an end from the ester compound of the perfluoro polyether which has a hydroxyl group or a carboxyl group, and the alcohol which has the carboxylic-acid or alkyl group fluoride which has alkyl group fluoride. these ester compound -- the bottom of low-humidity/temperature, or high-humidity/temperature -- the lubricity which was excellent also when it was used under the following severe conditions is demonstrated, and, moreover, the effectiveness is maintained [ long duration ].

[0012] Therefore, if these ester compound is used as lubricant of a magnetic-recording medium, reduction-ization of coefficient of friction is attained according to the outstanding lubrication effectiveness, and performance traverse, abrasion resistance, endurance, etc. can be improved substantially. Moreover, since the above-mentioned ester compound also shows fusibility to organic solvents other than a chlorofluocarbon system solvent (for example, n-hexane, ethanol, etc.), it can presuppose reduction or un-using the amount of the chlorofluocarbon system solvent used, and is convenient also in respect of an environmental problem etc.

[0013] First, in invention of the 1st of this application, the ester compound of the perfluoro polyether and long-chain carboxylic acid which

have a hydroxyl group at the end is obtained by making the perfluoro polyether and carboxylic-acid chloride base which have a hydroxyl group react to an end as a catalyst.

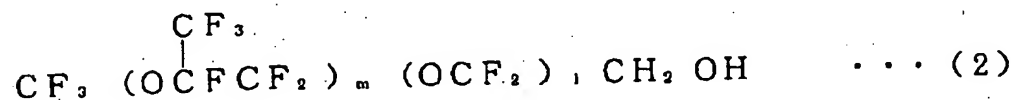
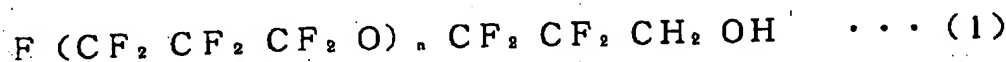
[0014] As a perfluoro polyether which has a hydroxyl group at the end used in case this ester compound is compounded, it may not have a hydroxyl group at one [ at least ] end (piece end), may not have a hydroxyl group at both the ends (monofunctional perfluoro polyether), and can be used, without calling at that permutation location (polyfunctional perfluoro polyether).

[0015] Although what is expressed with the following (1) - (2) type will be mentioned as a monofunctional perfluoro polyether and what is expressed with the following (3) types will be mentioned as a polyfunctional perfluoro polyether if it illustrates concretely, it is not limited to these.

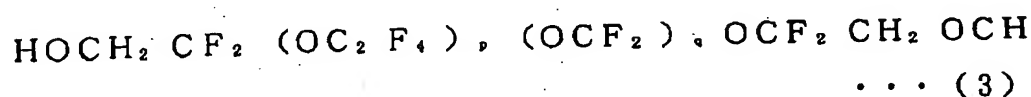
[0016]

[Formula 21]

(a) 単官能パーフルオロポリエーテル



(b) 多官能パーフルオロポリエーテル



[0017] However, p, q, l, m, and n express one or more integers among above (1) - (3) type, respectively. Moreover, although especially the molecular weight of the perfluoro polyether which has a hydroxyl group at this end is not restrained, 600 to about 5000 are desirable practical. The amount of the part chlorofluocarbon used with which a perfluoro polyether chain becomes large increases at the same time the effectiveness as an adsorption radical of an end group will fade, if molecular weight is too large. On the contrary, if molecular weight is too small, the lubrication effectiveness with a perfluoro polyether chain will be lost.

[0018] In addition, in the perfluoro polyether which has a hydroxyl group at this end, partial hydrogenation of the perfluoro polyether chain may be carried out. That is, some fluorine atoms (50% or less) of a perfluoro polyether chain may be replaced by the hydrogen atom. In this case, it becomes possible [ that what is necessary is just to use the perfluoro polyether which carried out partial hydrogenation as a perfluoro polyether ] to reduce the amount of the chlorofluocarbon system solvent used by this.

[0019] On the other hand, as the above-mentioned carboxylic-acid chloride base, each of commercial items or synthetic compounds are usable.

[0020] Thus, the ester compound of the perfluoro polyether and long-chain carboxylic acid which have a hydroxyl group at the end compounded is expressed with the general formula showing in the following (4) types or (5) types.

Rf-CH<sub>2</sub> OCOR ... (4)

RCOOCH<sub>2</sub>-Rf-CH<sub>2</sub> OCOR ... (5)

However, inside of above (4) - (5) type and Rf A perfluoro polyether chain is expressed. Moreover, R expresses an alkyl group.

[0021] Here, as the above-mentioned long-chain carboxylic acid, the structure etc. is arbitrary, and can be depended and chosen as the existence of branching structure, isomer structure, alicycle structure, and an unsaturated bond. Moreover, it is desirable that the carbon number of an alkyl group is made or more into ten at least from it being hard coming to dissolve in organic solvents other than chlorofluocarbon as molecular weight becomes small also about the molecular weight, although it is arbitrary.

[0022] Moreover, in invention of the 2nd of this application, the ester compound of the perfluoro polyether and long-chain alcohol which have a carboxyl group at the end is obtained by making p-toluenesulfonic acid and concentrated sulfuric acid the perfluoro polyether and long-chain alcohol which have a carboxyl group react to an end as a catalyst in anhydrous toluene.

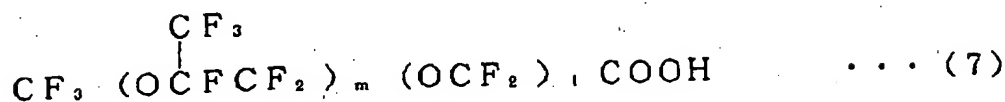
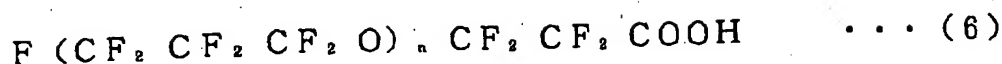
[0023] As a perfluoro polyether which has a carboxyl group at the end used in case this ester compound is compounded, a monofunctional perfluoro polyether is sufficient, and a polyfunctional perfluoro polyether is sufficient, and it can be used, without calling at that permutation location.

[0024] Although what is expressed with the following (6) - (7) type will be mentioned as a monofunctional perfluoro polyether and what is expressed with the following (8) types will be mentioned as a polyfunctional perfluoro polyether if it illustrates concretely, it is not limited to these.

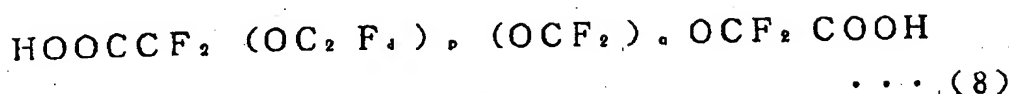
[0025]

[Formula 22]

## (a) 単官能パーフルオロポリエーテル



## (b) 多官能パーフルオロポリエーテル



[0026] However, p, q, l, m, and n express one or more integers among above (6) - (8) type, respectively. Moreover, although especially the molecular weight of the perfluoro polyether which has a carboxyl group at this end is not restrained, 600 to about 5000 are desirable practical. The amount of the part chlorofluocarbon used with which a perfluoro polyether chain becomes large increases at the same time the effectiveness as an adsorption radical of an end group will fade, if molecular weight is too large. On the contrary, if molecular weight is too small, the lubrication effectiveness with a perfluoro polyether chain will be lost.

[0027] In addition, in the perfluoro polyether which has a carboxyl group at this end, partial hydrogenation of the perfluoro polyether chain may be carried out like the case of invention of the 1st of above-mentioned this application.

[0028] On the other hand, as the above-mentioned long-chain alcohol, each of commercial items or synthetic compounds are usable. Moreover, it is desirable that the carbon number of the one alkyl group is made or more into six at least from it being hard coming to dissolve in organic solvents other than chlorofluocarbon as the molecular weight becomes small.

[0029] Thus, the ester compound of the perfluoro polyether and long-chain alcohol which have a carboxyl group at the end compounded is expressed with the general formula showing in the following (9) types or (10) types.

Rf-COOR ... (9)

ROOC-Rf-COOR ... (10)

However, inside of above (9) - (10) type and Rf A perfluoro polyether chain is expressed. Moreover, R expresses an alkyl group. This alkyl group R is arbitrary, and can depend and choose that structure etc. as the existence of branching structure, isomer structure, alicycle structure, and an unsaturated bond. Moreover, although it is arbitrary, if the solubility over organic solvents other than chlorofluocarbon is taken into consideration also about the molecular weight, the carbon number will be preferably made or more into six.

[0030] In invention of the 3rd of this application, moreover, the ester compound of the perfluoro polyether which has a hydroxyl group at the end, and the carboxylic acid which has alkyl group fluoride For example, the perfluoro polyether which has a hydroxyl group at the end (FRf-CH<sub>2</sub>OH or HOCH<sub>2</sub>-Rf-CH<sub>2</sub>OH), It is obtained by mixing the corresponding acid chloride (RCOCl) drawn from the carboxylic acid (RCOOH) which has the hydroxyl-group and alkyl group fluoride of an equimolecular amount which are contained in this perfluoro polyether.

[0031] The synthetic reaction of this ester compound is expressed with the following (11) types or (12) types.

FRf-CH<sub>2</sub>OH + RCOCl → FRf-CH<sub>2</sub>OCOR + HCl ... (11) HOCH<sub>2</sub>-Rf-CH<sub>2</sub>OH + 2RCOCl → RCOOCH<sub>2</sub>-Rf-CH<sub>2</sub>OCOR + 2HCl ... (12) [0032]

As a perfluoro polyether which has a hydroxyl group at the end used in case this ester compound is compounded, a monofunctional perfluoro polyether is sufficient, and a polyfunctional perfluoro polyether is sufficient, and it can be used, without calling at that permutation location.

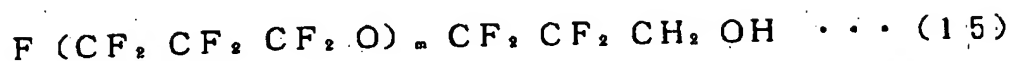
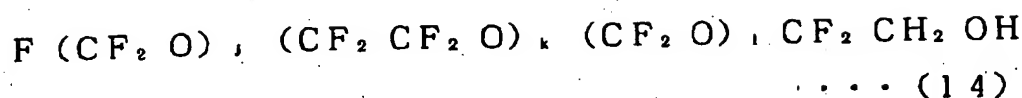
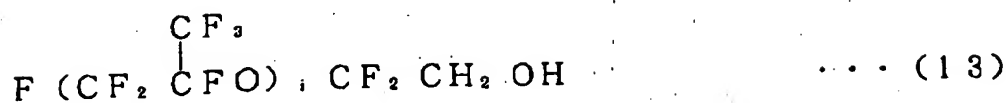
[0033] Although what is expressed with the following (13) - (15) type will be mentioned as a monofunctional perfluoro polyether and what is expressed with the following (16) - (18) type will be mentioned as a polyfunctional perfluoro polyether if it illustrates concretely, it is not limited to these.

[0034]

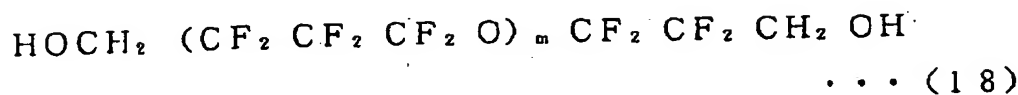
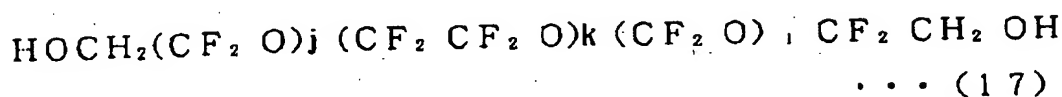
[Formula 23]



## (a) 単官能パーフルオロポリエーテル



## (b) 多官能パーフルオロポリエーテル



[0035] However, i, j, k, l, and m express an integer among above (13) - (18) type, respectively. Moreover, although especially the molecular weight of the perfluoro polyether which has a hydroxyl group at this end is not restrained, 600 to about 5000 are desirable practical. The amount of the part chlorofluorocarbon used with which a perfluoro polyether chain becomes large increases at the same time the effectiveness as an adsorption radical of an end group will fade, if molecular weight is too large. On the contrary, if molecular weight is too small, the lubrication effectiveness with a perfluoro polyether chain will be lost.

[0036] In addition, in the perfluoro polyether which has a hydroxyl group at this end, partial hydrogenation of the perfluoro polyether chain may be carried out like the case of invention of the 1st of above-mentioned this application.

[0037] On the other hand, as a carboxylic acid which has the above-mentioned alkyl group fluoride, what has the general formula expressed with the following (19) types is used.

$RCOOH \dots (19)$

However, as for R, a carbon number expresses the alkyl group fluoride of 7-30 among the above-mentioned (19) types. Moreover, in the carboxylic acid which has this alkyl group fluoride, that structure etc. is arbitrary, and can be depended and chosen as the existence of branching structure, an annular radical, a ring, and an unsaturated bond.

[0038] Thus, the ester compound of the perfluoro polyether which has a carboxyl group at the end compounded, and the carboxylic acid which has alkyl group fluoride is expressed with the general formula showing in the following (20) types or (21) types.

$Rf-CH_2 OCOR \dots (20)$

$RCOOCH_2-Rf-CH_2 OCOR \dots (21)$

However, inside of above (20) - (21) type and Rf A perfluoro polyether chain is expressed. Moreover, R expresses alkyl group fluoride.

[0039] In invention of the 4th of this application, furthermore, the ester compound of the perfluoro polyether which has a carboxyl group at the end, and the alcohol which has alkyl group fluoride For example, the corresponding acid chloride led to the end from the perfluoro polyether ( $FRf-COOH$  or  $HOOC-Rf-COOH$ ) which has a carboxyl group ( $FRf-COCl$  or  $ClOC-Rf-COCl$ ), It is obtained by mixing the

alcohol (ROH) which has the carboxyl group and alkyl group fluoride of an equimolecular amount which are contained in the above-mentioned perfluoro polyether.

[0040] The synthetic reaction of this ester compound is expressed with the following (22) types or (23) types.

$\text{FRf-COCl} + \text{ROH} \rightarrow \text{FRf-COOR} + \text{HCl} \dots (22)$

$\text{ClOC-Rf-COCl} + 2\text{ROH} \rightarrow \text{ROOC-Rf-COOR} + 2\text{HCl} \dots (23)$

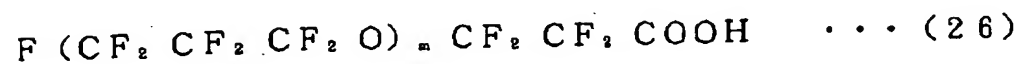
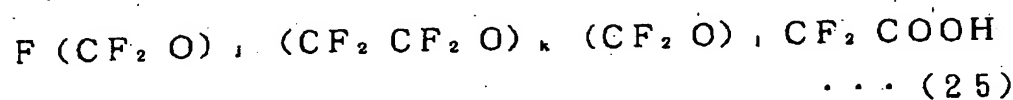
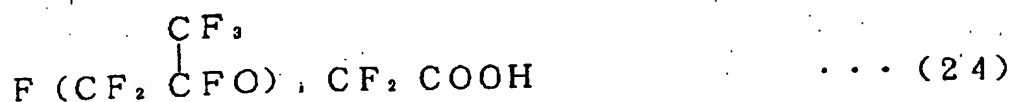
[0041] As a perfluoro polyether which has a carboxyl group at the end used in case this ester compound is compounded, a monofunctional perfluoro polyether is sufficient, and a polyfunctional perfluoro polyether is sufficient, and it can be used, without calling at that permutation location.

[0042] Although what is expressed with the following (24) - (26) type will be mentioned as a monofunctional perfluoro polyether and what is expressed with the following (27) - (29) type will be mentioned as a polyfunctional perfluoro polyether if it illustrates concretely, it is not limited to these.

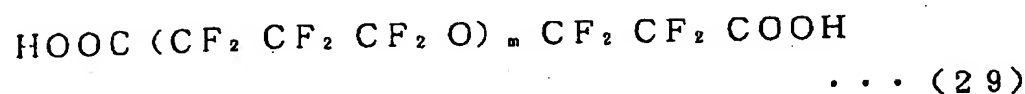
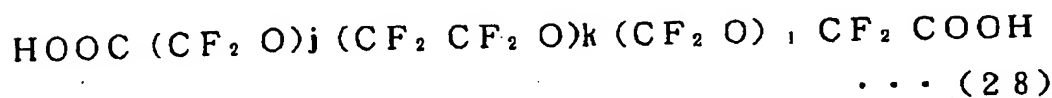
[0043]

[Formula 24]

(a) 単官能パーフルオロポリエーテル



(b) 多官能パーフルオロポリエーテル



[0044] However, i, j, k, l, and m express an integer among above (24) - (29) type, respectively. Moreover, although especially the molecular weight of the perfluoro polyether which has a carboxyl group at this end is not restrained, 600 to about 5000 are desirable practical. The amount of the part chlorofluorocarbon used with which a perfluoro polyether chain becomes large increases at the same time the effectiveness as an adsorption radical of an end group will fade, if molecular weight is too large. On the contrary, if molecular weight is too small, the lubrication effectiveness with a perfluoro polyether chain will be lost.

[0045] In addition, in the perfluoro polyether which has a carboxyl group at this end, partial hydrogenation of the perfluoro polyether chain may be carried out like the case of invention of the 1st of above-mentioned this application.

[0046] On the other hand, as alcohol which has the above-mentioned alkyl group fluoride, what has the general formula expressed with the

following (30) types is used.

ROH ... (30)

However, as for R, a carbon number expresses the alkyl group fluoride of 7-30 among the above-mentioned (30) types. Moreover, in the alcohol which has this alkyl group fluoride, that structure etc. is arbitrary, and can be depended and chosen as the existence of branching structure, an annular radical, a ring, and an unsaturated bond.

[0047] Thus, the ester compound of the perfluoro polyether which has a carboxyl group at the end compounded, and the alcohol which has alkyl group fluoride is expressed with the general formula showing in the following (31) types or (32) types.

Rf-CH<sub>2</sub> OCOR ... (31)

RCOOCH<sub>2</sub>-Rf-CH<sub>2</sub> OCOR ... (32)

However, inside of above (31) - (32) type and Rf A perfluoro polyether chain is expressed. Moreover, R expresses alkyl group fluoride.

[0048] Moreover, the magnetic-recording medium concerning the 5th thru/or invention of the 8th of this application holds the ester compound applied to the 5th thru/or invention of the 8th of above-mentioned this application as lubricant on the surface of a magnetic layer.

[0049] Here, especially as a magnetic-recording medium by which this invention is applied, although not limited, especially this invention applies to the so-called metal magnetic-thin-film type with which technique, such as vacuum deposition and the sputtering method, comes to carry out covering formation of the metal magnetic thin film as a magnetic layer of magnetic-recording medium and is effective in a nonmagnetic support surface. Of course, in the magnetic-recording medium by which this invention is applied, the film configuration etc. may be arbitrary, for example, may be a configuration which minded the substrate layer between the nonmagnetic base material and the magnetic layer.

[0050] In this metal magnetic-thin-film type of magnetic-recording medium, the class of a nonmagnetic base material, metal magnetic thin film, etc. is not limited at all, and anything that is known conventionally can use it. If it illustrates, each of SERAMIKUKKU substrates which consist of a metal substrate which consists of a giant-molecule base material formed as a nonmagnetic base material with plastic material which is represented by polyester, polyolefines, a cellulosic, vinyl system resin, polyimide, polyamides, the polycarbonate, etc., for example, an aluminium alloy, a titanium alloy, etc., alumina glass, etc., glass substrates, etc. is usable. Among these, when the substrate which has the rigidity of aluminium alloy plate, a glass plate, etc. is used, oxide films, nickel-P coats, etc., such as alumite processing, are formed in a substrate front face, and it may be made to harden the front face.

[0051] Moreover, the configuration of this nonmagnetic base material may not be limited at all, and may be what kind of gestalten, such as the shape of the shape of a tape, and a sheet, and a drum. Furthermore, detailed irregularity may be formed in this nonmagnetic base material in order to control that front-face nature.

[0052] The above-mentioned metal magnetic thin film is formed as continuation film of vacuum thin film coating technology, such as plating, and sputtering, vacuum deposition, and is made usable [ the magnetization record metal magnetic film within a field or Co-Cr system alloy thin film which consist of metals, such as Fe, Co, and nickel, a Co-nickel system alloy, a Co-Pt system alloy, a Co-Pt-nickel system alloy, a Fe-Co system alloy, a Fe-nickel system alloy, a Fe-Co-nickel system alloy, a Fe-nickel-B system alloy, a Fe-Co-B system alloy, a Fe-Co-nickel-B system alloy etc. ].

[0053] especially - the case of the magnetization record metal magnetic thin film within a field - beforehand - a nonmagnetic base material top - the substrate layer of low melting point non-magnetic materials, such as Bi, Sb, Pb, Sn, Ga, In, germanium, Si, and Ti, - forming - a metal magnetic material - the vacuum evaporation from a perpendicular direction - or carry out a spatter and these low melting point non-magnetic material is made to diffuse in a metal magnetic thin film, and anti-magnetism may be made to improve, while canceling a stacking tendency and securing the isotropy within a field

[0054] Moreover, when the substrate (hard disk) which has rigidity as a component of a nonmagnetic base material as mentioned above is used, it is for example, the carbon film, the shape of a diamond, the amorphous-like carbon film, the chrome oxide film, and SiO<sub>2</sub> to the front face of the above-mentioned metal magnetic thin film. You may make it form hard protective coats, such as film.

[0055] In this magnetic-recording medium, the approach of carrying out topcoat of the lubricant layer is mentioned to the front face of a magnetic layer and the front face of the above-mentioned protective coat which consist of the above-mentioned metal magnetic thin film etc. as an approach of making the lubricant of the above-mentioned 1st thru/or the 4th above-mentioned invention hold. in this case - as the coverage of the lubricant used - 0.5 - 100 mg/m<sup>2</sup> it is - things - desirable - 1 - 20 mg/m<sup>2</sup> it is - things are more desirable.

[0056] Moreover, the ester compound used as lubricant by this invention may be conventionally used combining well-known lubricant, although you may use as lubricant of a magnetic-recording medium independently.

[0057] Furthermore, in order to cope with severer conditions and to make the lubrication effectiveness maintain, an extreme pressure agent may be used together with an about 30:70 to 70:30 heavy quantitative ratio compounding ratio. When metallic contact is selectively produced in a boundary lubrication field, this extreme pressure agent reacts with a metal side with the frictional heat accompanying this, and performs friction and a wear prevention operation by forming a resultant coat, and both the Lynn system extreme pressure agent, a sulfur system extreme pressure agent a halogen system extreme pressure agent an organic metal system extreme pressure agent its multicomputer system extreme pressure agent, etc. are usable.

[0058] Moreover, in the magnetic-recording medium of this invention, a rust-proofer may be used together if needed besides above-mentioned lubricant and an extreme pressure agent. They are the heterocyclic compound which can use all as a rust-proofer if usually used as a rust-proofer of this kind of magnetic-recording medium, for example, contains phenols, naphthols, quinones, and a nitrogen atom, a heterocyclic compound containing an oxygen atom, a heterocyclic compound containing a sulfur atom, etc.

[0059] By the way, in magnetic \*\*\*\*\* of an above-mentioned metal magnetic-thin-film mold, a back coat layer, undercoat, etc. may be formed other than the metal magnetic thin film which is a magnetic layer if needed.

[0060] for example, the inorganic pigment for carrying out Control of carbon system impalpable powder and surface roughness for a back coat layer giving conductivity to the same resin bond agent as the magnetic paint film used in the so-called spreading type of magnetic-recording medium etc. - adding - this - applied type \*\* - although obtained by last thing, the lubricant which consists of the above-mentioned ester compound into this back coat layer may be made to contain with internal or topcoat in this invention

[0061] moreover, the lubricant which all becomes a magnetic paint film, a metal magnetic thin film, a back coat layer, etc. from the above-mentioned ester compound in this invention - internal - or topcoat may be carried out and various combination is possible.

[0062]

[Function] lubricity with the good lubricant which consists of an ester compound with the carboxylic acid which has the perfluoro

polyether, long-chain carboxylic-acid, or alkyl group fluoride which has a hydroxyl group at the end, and an ester compound with the alcohol which has the perfluoro polyether, long-chain alcohol, or alkyl group fluoride which has a carboxyl group at the end -- having --  
 \*\*\*\* -- this effectiveness -- the bottom of low-humidity/temperature, or high-humidity/temperature -- when demonstrating under the following severe conditions, it continues at a long period of time, and lubricity does not fall.  
 [0063] Therefore, in a magnetic-recording medium, by making the above-mentioned lubricant hold on the surface of a magnetic layer, coefficient of friction is reduced according to the outstanding lubrication effectiveness which the above-mentioned lubricant has, and performance traverse and endurance are improved.

[0064]

[Example] Although the concrete example of this invention is explained hereafter, it cannot be overemphasized that this invention is not what is limited to this example.

- In an experiment 1-book experiment, the ester compound of the perfluoro polyether and long-chain carboxylic acid which have a hydroxyl group was used for the end as lubricant, and the endurance under various service conditions and performance traverse were examined about the so-called metal magnetic-thin-film type with which it comes to apply this lubricant on the surface of a magnetic layer of magnetic tape.

[0065] As a perfluoro polyether which has a hydroxyl group at composition place \*\* of an ester compound, and the end, HOCH<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>(OC<sub>2</sub>F<sub>4</sub>)<sub>p</sub>(OCF<sub>2</sub>)<sub>q</sub>OCF<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH of molecular weight 2000 (However, p and q express one or more integers, respectively.) It uses and the triethylamine of 2 twice equivalent weight in this perfluoro polyether and mole ratio was dissolved in chlorofluorocarbon, and into this solution, further, by the mole ratio, equivalent weight applied twice for stearin acid chloride 30 minutes, and it was dropped.

[0066] After dropping termination, it stirred for 1 hour, and heating reflux was continuously performed for 30 minutes. And after cooling, it washed in order of distilled water and a dilute-hydrochloric-acid water solution, and it washed until the penetrant remover became neutrality with distilled water again. Then, the organic solvent was removed and the obtained compound was refined using the silica gel column chromatography.

[0067] Here, the infrared absorption spectrum of the refined compound 1 was investigated. This result is expressed to drawing 1. As shown in drawing 1, while the stretching vibration of C-H coupling appears in 2920cm<sup>-1</sup> and 2850cm<sup>-1</sup> Apply to 1765cm<sup>-1</sup> from the stretching vibration of a carbonyl group, and 1350cm<sup>-1</sup> 1000cm<sup>-1</sup>, and the stretching vibration of C-F association appears, respectively. From the absorption which originates in the hydroxyl group of the 3690cm<sup>-1</sup> neighborhood on the other hand having disappeared It is this compound 1 Stearic-acid-ester C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>COOCH<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>(OC<sub>2</sub>F<sub>4</sub>)<sub>p</sub>(OCF<sub>2</sub>)<sub>q</sub>OCF<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OOCC<sub>17</sub>H<sub>35</sub> (however, p and q express one or more integers, respectively.) of a perfluoro polyether It can identify.

[0068] Next, the ester compound (compounds 2-14) of the perfluoro polyether and long-chain carboxylic acid which have a hydroxyl group at the end of various both as shown in the following table 1 like the above-mentioned compound 1 was compounded. In addition, p, q, l, m, and n express one or more integers among a table 1, respectively.

[0069]

[A table 1]

	RCOOCH <sub>2</sub> -R <sub>1</sub> - CH <sub>2</sub> OCOR	
	パーフルオロポリエーテル鎖R <sub>1</sub>	アルキル基R
化合物 1	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>
化合物 2	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>
化合物 3	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>
化合物 4	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>
化合物 5	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>
化合物 6	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>16</sub> H <sub>33</sub>
化合物 7	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>14</sub> H <sub>29</sub>
化合物 8	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>25</sub>
化合物 9	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>10</sub> H <sub>21</sub>
化合物 10	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>25</sub>
化合物 11	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> =CHC <sub>16</sub> H <sub>33</sub>
化合物 12	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> (フェニル基)
化合物 13	CF <sub>3</sub>   CF <sub>3</sub> (OCFCF <sub>2</sub> ) <sub>m</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>l</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>
化合物 14	CF <sub>3</sub>   CF <sub>3</sub> (OCFCF <sub>2</sub> ) <sub>m</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>l</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>26</sub>

[0070] 14 kinds of sample tapes were produced according to the following procedure, using as lubricant the compounds 1-14 compounded as mentioned above.

[0071] Co was made to put on the polyethylene terephthalate film of 14micro thickness of production of a sample tape with the method vacuum deposition of slanting, and the metal magnetic thin film of 100nm of thickness was formed. Next, coverage is what dissolved the compounds 1-14 shown in the above-mentioned table 1 in the mixed solvent of Freon and ethanol to the front face of the above-mentioned metal magnetic thin film 5 mg/m<sup>2</sup> It applied so that it might become.

[0072] And the obtained magnetic tape was cut out to 8mm width of face, and it considered as the sample tapes 1-14.

[0073] Coefficient of friction, still endurance, and shuttle endurance were measured using each sample tapes 1-14 which are the assessment \*\*\*\*s of endurance and performance traverse, and were made and produced, respectively under the various service conditions [% / of temperature humidity of 40 degrees C / 30 ] at the time of the temperature of -5 degrees C at the time of 60% of temperature humidity of 25 degrees C. In addition, it measured similarly as an object for a comparison about the blank tape (it considers as the example 1 of a comparison.) which is not using lubricant at all, and the sample tape (it considers as the examples 2-4 of a comparison.) which used independently the perfluoro polyether (p, q, l, m, and n express one or more integers among a table 2, respectively.) which has a hydroxyl group for the end shown in the following table 2 as lubricant. This result is shown in a following table 3 thru/or a following table 5.

[0074] The above-mentioned still endurance expresses the time amount taken for an output to decline by 3dB in a pause condition among a table 3 thru/or a table 5, and shuttle endurance expresses the count of a shuttle until the output when performing shuttle transit for 2 minutes per time declines by 3dB.

[0075]

[A table 2]

	使用した潤滑剤 (パーフルオロポリエーテル)
比較例 1	_____
比較例 2	$F(CF_2CF_2CF_2O)_n CF_2CF_2CH_2OH$
比較例 3	$  \begin{array}{c}  CF_3 \\    \\  CF_3(OCF_2CF_2)_m(OCF_2)_lCH_2OH  \end{array}  $
比較例 4	$HOH_2CCF_2(OC_2F_4)_p(OCF_2)_qOCF_2CH_2OH$

[0076]

[A table 3]

サンプル No.	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
1	25°C, 60%RH	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 6	> 1 2 0	> 1 5 0
2	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
3	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
4	25°C, 60%RH	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
5	25°C, 60%RH	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0

[0077]

[A table 4]

サンプル No.	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
6	25°C, 60%RH	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
7	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
8	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
9	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
10	25°C, 60%RH	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
11	25°C, 60%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
12	25°C, 60%RH	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
13	25°C, 60%RH	0. 1 5	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
14	25°C, 60%RH	0. 1 6	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0

[0078]  
[A table 5]

	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
比較例 1	25°C, 60%RH 40°C, 30%RH -5°C	0. 9 — —	2 — —	3 — —
比較例 2	25°C, 60%RH 40°C, 30%RH -5°C	0. 2 0 0. 2 3 0. 2 1	> 1 2 0 9 1 5 1	> 1 5 0 5 5 6 0
比較例 3	25°C, 60%RH 40°C, 30%RH -5°C	0. 2 2 0. 2 5 0. 2 3	9 9 9 1 4 3	1 1 0 4 1 3 0
比較例 4	25°C, 60%RH 40°C, 30%RH -5°C	0. 1 9 0. 2 4 0. 2 1	1 2 0 1 1 6 6 4	1 5 0 5 0 6 5

[0079] As shown in tables 3-5, in the case where the perfluoro polyether which has a hydroxyl group is used for an end as an ester compound with a long-chain carboxylic acid as lubricant as compared with the case where it uses independently, under the service condition with various heat and high humidity or low-humidity/temperature etc., there was very little degradation of coefficient of friction, still endurance, and shuttle endurance, and the very good result was obtained.

[0080] - In an experiment 2-book experiment, the ester compound of the perfluoro polyether and long-chain alcohol which have a carboxyl group was used for the end as lubricant, and the endurance under various service conditions and performance traverse were examined about the so-called metal magnetic-thin-film type with which it comes to apply this lubricant on the surface of a magnetic layer of magnetic tape.

[0081] The heating reflux of the stearyl alcohol of 2 twice equivalent weight in this perfluoro polyether and mole ratio was carried out in anhydrous toluene, having used a small amount of p-toluenesulfonic acid and concentrated sulfuric acid as the catalyst, using HOCCF<sub>2</sub>(OC<sub>2</sub>F<sub>4</sub>) p(OCF<sub>2</sub>) qOCF<sub>2</sub>COOH (however, p and q expressing one or more integers, respectively.) of molecular weight 2000 as a perfluoro polyether which has a carboxyl group at composition place \*\* of an ester compound, and the end. It carried out at this time, removing the moisture generated.

[0082] After reaction termination, after removing toluene, the obtained compound was refined using the silica gel column chromatography.

[0083] Here, the infrared absorption spectrum of the refined compound 15 was investigated. This result is expressed to drawing 2. As shown in drawing 2, while the stretching vibration of C-H coupling appears in 2920cm<sup>-1</sup> and 2850cm<sup>-1</sup> The stretching vibration of the carbonyl group of 1760cm<sup>-1</sup> moves to 1790cm<sup>-1</sup>. Moreover, apply to 1060cm<sup>-1</sup> from 1300cm<sup>-1</sup>, and the stretching vibration of C-F association appears, respectively. From the absorption which originates in the hydroxyl group of the 3600cm<sup>-1</sup> neighborhood on the other hand having disappeared It is this compound 15 Stearic-acid-ester C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>OCCF<sub>2</sub>(OC<sub>2</sub>F<sub>4</sub>) p(OCF<sub>2</sub>) qOCF<sub>2</sub>COOC<sub>17</sub>H<sub>35</sub> (however, p and q express one or more integers, respectively.) of a perfluoro polyether It can identify.

[0084] Next, the ester compound (compounds 16-28) of the perfluoro polyether and long-chain alcohol which have a carboxyl group at the end of various both as shown in the following table 6 like the above-mentioned compound 15 was compounded. In addition, p, q, l, m, and n express one or more integers among a table 6, respectively.

[0085]

[A table 6]



	ROOC-R <sub>1</sub> -COOR		
	パーフルオロポリエーテル鎖R <sub>1</sub>	アルキル基R	分子量
化合物15	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	2000
化合物16	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>16</sub> H <sub>33</sub>	2000
化合物17	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>14</sub> H <sub>29</sub>	2000
化合物18	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>25</sub>	2000
化合物19	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>10</sub> H <sub>21</sub>	2000
化合物20	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	iso-C <sub>10</sub> H <sub>20</sub>	2000
化合物21	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	4000
化合物22	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	3500
化合物23	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> (フェニル基)	3500
化合物24	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>25</sub>	3500
化合物25	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>24</sub> H <sub>49</sub>	3500
化合物26	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ \text{CF}_3(\text{OCFCF}_2)_m(\text{OCF}_2)_1 \end{array}$	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	650
化合物27	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ \text{CF}_3(\text{OCFCF}_2)_m(\text{OCF}_2)_1 \end{array}$	CH <sub>2</sub> =CHC <sub>16</sub> H <sub>33</sub>	650
化合物28	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ \text{CF}_3(\text{OCFCF}_2)_m(\text{OCF}_2)_1 \end{array}$	iso-C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	650

[0086] The compounds 15-28 which are more than production of a sample tape, and were made and compounded were used as lubricant, and also the various sample tapes 15-28 were produced like the above-mentioned experiment 1.

[0087] Coefficient of friction, still endurance, and shuttle endurance were measured under [ various ] the service condition like the above-mentioned experiment 1 using each sample tapes 15-28 which are the assessment \*\*\*\*s of endurance and performance traverse, and were made and produced, respectively. In addition, it measured similarly as an object for a comparison about the blank tape (it considers as the example 5 of a comparison.) which is not using lubricant at all, and the sample tape (it considers as the examples 6-8 of a comparison.) which used independently the perfluoro polyether (p, q, l, m, and n express one or more integers among a table 7, respectively.) which has a carboxyl group for the end shown in the following table 7 as lubricant. This result is shown in the following table 8 thru/or 10.

[0088]

[A table 7]

	使用した潤滑剤 (パーフルオロポリエーテル)
比較例 5	_____
比較例 6	$\text{HOOC}(\text{CF}_2(\text{OC}_2\text{F}_4))_p(\text{OCF}_2)_n\text{OCF}_2\text{COOH}$
比較例 7	$\text{F}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COOH}$
比較例 8	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ \text{CF}_3(\text{OCFCF}_2)_m(\text{OCF}_2)_n\text{COOH} \end{array}$

[0089]

[A table 8]

サンプル No.	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
1 5	25°C, 60%RH	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
1 6	25°C, 60%RH	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
1 7	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
1 8	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
1 9	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0

[0090]

[A table 9]

サンプル No.	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
2 0	25°C, 60%RH	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
2 1	25°C, 60%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
2 2	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
2 3	25°C, 60%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
2 4	25°C, 60%RH	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
2 5	25°C, 60%RH	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
2 6	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
2 7	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
2 8	25°C, 60%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0

[0091]  
[A table 10]

	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
比較例 5	25°C, 60%RH 40°C, 30%RH -5°C	0. 9 — —	2 — —	3 — —
比較例 6	25°C, 60%RH 40°C, 30%RH -5°C	0. 2 4 0. 2 7 0. 2 5	> 1 2 0 9 1 5 1	> 1 5 0 5 5 6 0
比較例 7	25°C, 60%RH 40°C, 30%RH -5°C	0. 2 2 0. 2 3 0. 2 2	> 1 2 0 7 6 2 9	1 2 0 4 6 4 0
比較例 8	25°C, 60%RH 40°C, 30%RH -5°C	0. 2 4 0. 2 6 0. 2 5	9 5 6 7 2 0	1 2 0 3 5 3 0

[0092] As shown in tables 8-10, in the case where the perfluoro polyether which has a carboxyl group is used for an end as an ester compound with long-chain alcohol as lubricant as compared with the case where it uses independently, under the service condition with various heat and high humidity or low-humidity/temperature etc., there was very little degradation of coefficient of friction, still endurance, and shuttle endurance, and the very good result was obtained.

[0093] - In an experiment 3-book experiment, the ester compound of the perfluoro polyether which has a hydroxyl group, and the carboxylic acid which has alkyl group fluoride was used for the end as lubricant, and the endurance under various service conditions and performance traverse were examined about the so-called metal magnetic-thin-film type with which it comes to apply this lubricant on the surface of a magnetic layer of magnetic tape.

[0094] The corresponding acid chloride drawn from the carboxylic acid which has the hydroxyl-group and alkyl group fluoride of an equimolecular amount which are contained in the perfluoro polyether which has a hydroxyl group at composition place \*\* of an ester compound and the end, and this perfluoro polyether was mixed, and various ester compounds (compounds 29-38) as shown in the following table 11 were compounded. In addition, l, m, and n express a positive integer among a table 11, respectively.

[0095]

[A table 11]

	パーフルオロ ポリエーテル の種類	パーフルオロポリエーテル 鎖R <sub>1</sub>	フッ化 アルキル基R
化合物29	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})_n (\text{CF}_2\text{O})_m \text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物30	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})_n (\text{CF}_2\text{O})_m \text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$
化合物31	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})_n (\text{CF}_2\text{O})_m \text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_{17}$
化合物32	多官能	$(\text{CF}_2\text{O})_n (\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_m (\text{CF}_2\text{O})_l \text{CF}_2$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物33	多官能	$(\text{CF}_2\text{O})_n (\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_m (\text{CF}_2\text{O})_l \text{CF}_2$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$
化合物34	多官能	$(\text{CF}_2\text{O})_n (\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_m (\text{CF}_2\text{O})_l \text{CF}_2$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_{17}$
化合物35	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})\text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物36	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})\text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$
化合物37	単官能	$(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n \text{CF}_2\text{CF}_2$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物38	単官能	$(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n \text{CF}_2\text{CF}_2$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$

[0096] The compounds 29-38 which are more than production of a sample tape, and were made and compounded were used as lubricant, and also the various sample tapes 29-38 were produced like the above-mentioned experiment 1.

[0097] Coefficient of friction, still endurance, and shuttle endurance were measured under [ various ] the service condition like the above-mentioned experiment 1 using each sample tapes 29-38 which are the assessment \*\*\*\*s of endurance and performance traverse, and were made and produced, respectively. In addition, it measured similarly as an object for a comparison about the blank tape (it considers as the example 9 of a comparison.) which is not using lubricant at all. This result is shown in the following table 12.

[0098]

[A table 12]

サンプル No.	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
2 9	25°C, 60%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 5	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
3 0	25°C, 60%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
3 1	25°C, 60%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
3 2	25°C, 60%RH	0. 2 3	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 5	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 4	> 6 0	> 1 5 0
3 3	25°C, 60%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 5	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 5	> 6 0	> 1 5 0
3 4	25°C, 60%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
3 5	25°C, 60%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 3	> 6 0	> 1 5 0
3 6	25°C, 60%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
3 7	25°C, 60%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 4	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
3 8	25°C, 60%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 1	> 6 0	> 1 5 0
比較例 9	25°C, 60%RH	0. 9	2	3
	40°C, 30%RH	> 0. 9	1	2
	-5°C	> 0. 9	< 1	< 2

[0099] As shown in a table 12, the very good result was obtained by using as lubricant the ester compound of the perfluoro polyether which has a hydroxyl group, and the carboxylic acid which has alkyl group fluoride for an end, without coefficient of friction, still endurance, shuttle endurance, etc. deteriorating also on various conditions.

[0100] - In an experiment 4-book experiment, the ester compound of the perfluoro polyether which has a carboxyl group, and the alcohol which has alkyl group fluoride was used for the end as lubricant, and the endurance under various service conditions and performance traverse were examined about the so-called metal magnetic-thin-film type with which it comes to apply this lubricant on the surface of a magnetic layer of magnetic tape.

[0101] The corresponding acid chloride led to composition place \*\* of an ester compound and an end from the perfluoro polyether which has a carboxyl group, and the alcohol which has the carboxyl group and alkyl group fluoride of an equimolecular amount which are contained in this perfluoro polyether were mixed, and various ester compounds (compounds 39-48) as shown in the following table 13 were compounded. In addition, l, m, and n express a positive integer among a table 13, respectively.

[0102]

[A table 13]

	パーフルオロ ポリエーテル の種類	パーフルオロポリエーテル 鎖R <sub>1</sub>	フッ化 アルキル基R
化合物39	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})_n (\text{CF}_2\text{O})_m \text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物40	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})_n (\text{CF}_2\text{O})_m \text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$
化合物41	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})_n (\text{CF}_2\text{O})_m \text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_{17}$
化合物42	多官能	$(\text{CF}_2\text{O})_n (\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_m (\text{CF}_2\text{O})_l \text{CF}_2$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物43	多官能	$(\text{CF}_2\text{O})_n (\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_m (\text{CF}_2\text{O})_l \text{CF}_2$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$
化合物44	多官能	$(\text{CF}_2\text{O})_n (\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_m (\text{CF}_2\text{O})_l \text{CF}_2$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_{17}$
化合物45	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})\text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物46	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})\text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$
化合物47	単官能	$(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n \text{CF}_2\text{CF}_2$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物48	単官能	$(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n \text{CF}_2\text{CF}_2$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$

[0103] The compounds 39-48 which are more than production of a sample tape, and were made and compounded were used as lubricant, and also the various sample tapes 39-48 were produced like the above-mentioned experiment 1.

[0104] Coefficient of friction, still endurance, and shuttle endurance were measured under [ various ] the service condition like the above-mentioned experiment 1 using each sample tapes 39-48 which are the assessment \*\*\*\*s of endurance and performance traverse, and were made and produced, respectively. In addition, it measured similarly as an object for a comparison about the blank tape (it considers as the example 10 of a comparison.) which is not using lubricant at all. This result is shown in the following table 14.

[0105]

[A table 14]

サンプルNo.	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
3 9	25°C, 60%RH	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
4 0	25°C, 60%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 4	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 3	> 6 0	> 1 5 0
4 1	25°C, 60%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 4	> 6 0	> 1 5 0
4 2	25°C, 60%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 4	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 4	> 6 0	> 1 5 0
4 3	25°C, 60%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 5	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 5	> 6 0	> 1 5 0
4 4	25°C, 60%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 3	> 6 0	> 1 5 0
4 5	25°C, 60%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 1	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 1	> 6 0	> 1 5 0
4 6	25°C, 60%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
4 7	25°C, 60%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 4	> 6 0	> 1 5 0
4 8	25°C, 60%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 1	> 6 0	> 1 5 0
比較例10	25°C, 60%RH	> 0. 9	2	3
	40°C, 30%RH	> 0. 9	1	2
	-5°C	> 0. 9	< 1	< 2

[0106] As shown in a table 14, the very good result was obtained by using as lubricant the ester compound of the perfluoro polyether which has a carboxyl group, and the alcohol which has alkyl group fluoride for an end, without coefficient of friction, still endurance, shuttle endurance, etc. deteriorating also on various conditions.

[0107] [Effect of the Invention] Since the ester compound with the carboxylic acid or alcohol which has perfluoro polyether [ which has a hydroxyl group or a carboxyl group at the end ], long-chain carboxylic-acid or long-chain alcohol, or alkyl group fluoride is used as lubricant so that clearly also from the above explanation, the lubricity excellent in the bottom of any service conditions can be demonstrated, moreover it can continue at a long period of time, and the effectiveness can be maintained. [ which has the lubricity which was dramatically excellent in this invention ] Therefore, if this ester compound is made to hold on the surface of a magnetic layer as lubricant in a magnetic-recording medium, performance traverse and endurance can be raised remarkably.



[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is property drawing showing the infrared absorption spectrum of an example of the lubricant which applied this invention.

[Drawing 2] It is property drawing showing the infrared absorption spectrum of other examples of the lubricant which applied this invention.

---

[Translation done.]

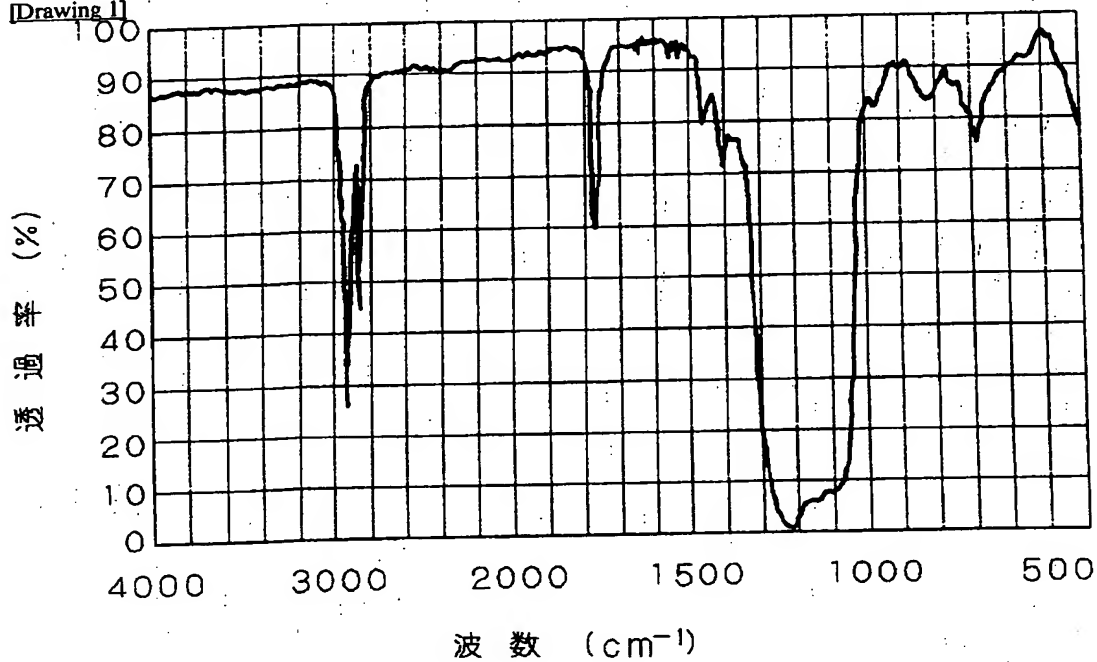
## \* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

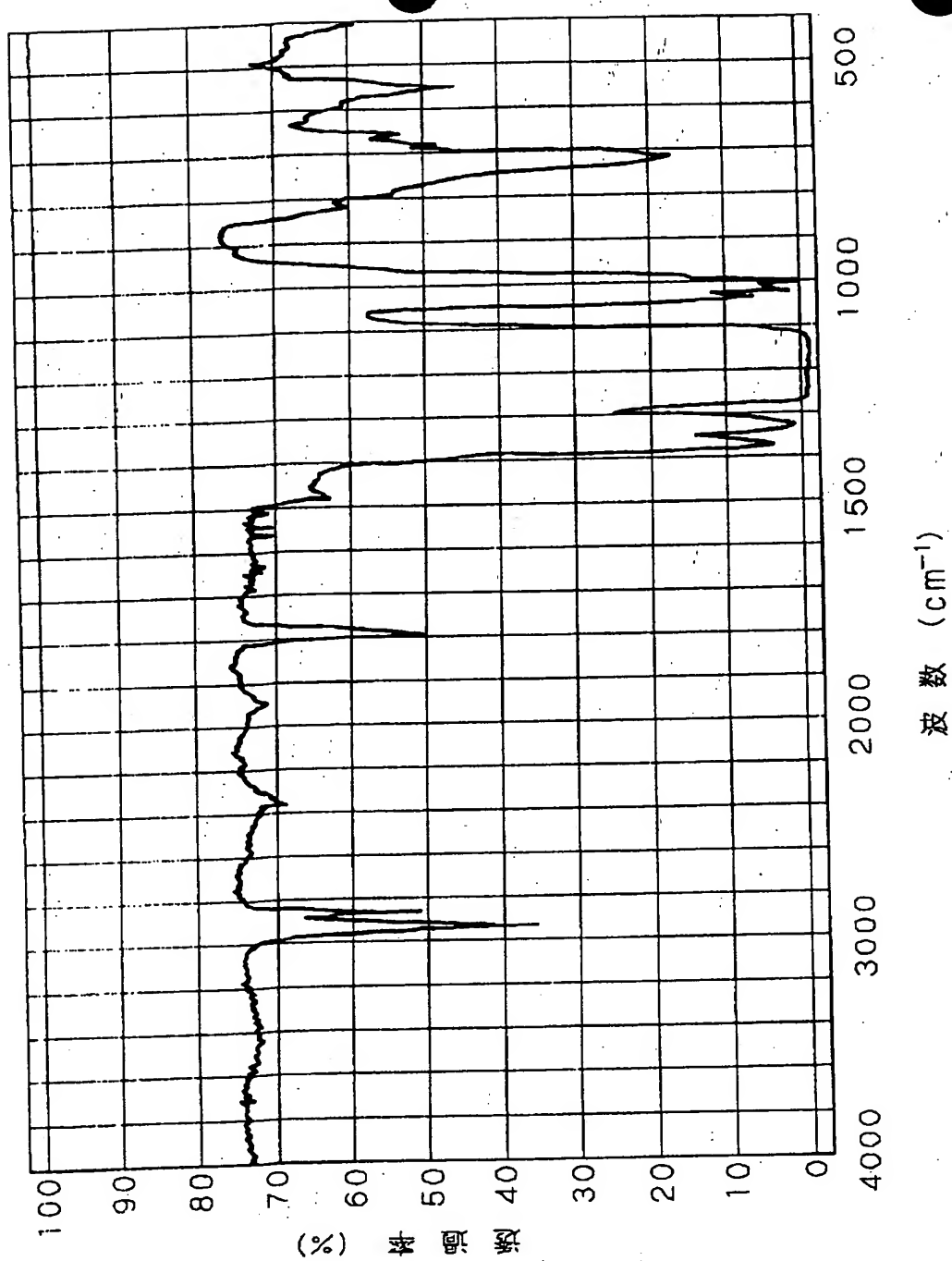
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

[Drawing 1]



[Drawing 2]



[Translation done.]

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-194970

(43)Date of publication of application : 03.08.1993

(51)Int.Cl.

C10M107/38  
G11B 5/71  
// C10N 30:06  
C10N 40:18

(21)Application number : 04-200130

(22)Date of filing : 06.07.1992

(71)Applicant : SONY CORP

(72)Inventor : KONDO HIROFUMI  
SEKI ATSUSHI  
KAMEI TAKAHIRO  
TANAKA KOICHI

(30)Priority

Priority number : 03169523  
03198052Priority date : 10.07.1991  
07.08.1991

Priority country : JP

JP

## (54) LUBRICANT AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM COATED THEREWITH

(57)Abstract:

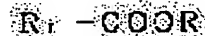
PURPOSE: To obtain a lubricant which can exhibit excellent lubricating properties under various conditions of use by esterifying a perfluoropolyether terminated with hydroxyl or like groups with a long-chain carboxylic acid or the like.

CONSTITUTION: A lubricant comprising an ester of formula I or II (wherein R<sub>1</sub> is a perfluoropolyether chain; and R alkyl or fluoroalkyl) which is a compound of a perfluoropolyether terminated with hydroxyl groups with a long-chain carboxylic acid. Alternatively, a lubricant comprising an ester of a perfluoropolyether terminated with carboxyl groups with a long-chain alcohol of formula III or IV (wherein R<sub>1</sub> and R<sub>2</sub> are as defined above). These lubricants can exhibit excellent lubricating properties under any condition of uses, can retain their effects for a long time, and can improve markedly the running properties and durability of the medium, when applied to the surface of a magnetic layer as lubricants.

I



II



III



IV

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

02.07.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

03.09.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-194970

(43)公開日 平成5年(1993)8月3日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C I O M 107/38		7419-4H		
G I I B 5/71		7215-5D		
// C I O N 30:06				
40:18				

審査請求 未請求 請求項の数12(全 24 頁)

(21)出願番号	特願平4-200130	(71)出願人	000002185 ソニー株式会社 東京都品川区北品川6丁目7番35号
(22)出願日	平成4年(1992)7月6日	(72)発明者	近藤 洋文 東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニー株式会社内
(31)優先権主張番号	特願平3-169523	(72)発明者	関 敦司 東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニー株式会社内
(32)優先日	平3(1991)7月10日	(72)発明者	亀井 隆広 東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニー株式会社内
(33)優先権主張国	日本(JP)	(74)代理人	弁理士 小池 晃 (外2名)
(31)優先権主張番号	特願平3-198052		
(32)優先日	平3(1991)8月7日		
(33)優先権主張国	日本(JP)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 潤滑剤及びそれを用いた磁気記録媒体

(57)【要約】

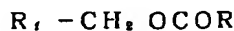
【目的】 各種使用条件下において優れた潤滑性を発揮する潤滑剤を提供するとともに、耐久性、耐摩耗性、走行性等に優れた磁気記録媒体を提供する。

【構成】 末端に水酸基を有するパーフルオロポリエー  
R<sub>1</sub>COOH

(但し、上式中、Rは炭素数7～30のフッ化アルキル基を表す。)

テルと、長鎖カルボン酸或いは下記の化1で示されるフッ化アルキル基を有するカルボン酸との化合物であり、下記の化2或いは化3で示されるエステル化合物からなる。

【化1】

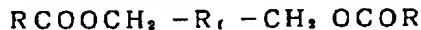


(但し、上式中、R<sub>1</sub>はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。

また、Rはアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。)

【化2】

【化3】



(但し、上式中、R<sub>1</sub>はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。

また、Rはアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。)

更に、これらエステル化合物を潤滑剤として用い、非磁性支持体上に形成された磁性層表面上に上記潤滑剤を保有

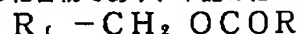
せしめる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖カルボン酸との化合物であり、下記の化

1 又は化 2 で示されるエステル化合物からなることを特徴とする潤滑剤。

【化 1】



〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

【化 2】

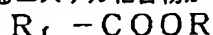


〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

【請求項 2】 末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖アルコールとの化合物であり、下記の化 3 又は化 4 で示されるエステル化合物からなる

ことを特徴とする潤滑剤。

【化 3】



〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

【化 4】

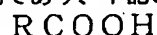


〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

【請求項 3】 末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルと下記の化 5 で示されるフッ化アルキル基を有するカルボン酸との化合物であり、下記の化 6 又は化 7

で示されるエステル化合物からなることを特徴とする潤滑剤。

【化 5】



〔但し、上式中、 $R$  は炭素数 7 ～ 30 のフッ化アルキル基を表す。〕

【化 6】



〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

【化 7】



〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

【請求項 4】 末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルと下記の化 8 で示されるフッ化アルキル基を有するアルコールとの化合物であり、下記の化 9

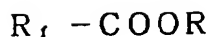
又は化 10 で示されるエステル化合物からなることを特徴とする潤滑剤。

【化 8】



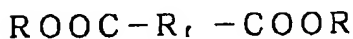
〔但し、上式中、 $R$  は炭素数 7 ～ 30 のフッ化アルキル基を表す。〕

【化 9】



〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

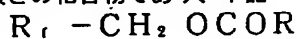
【化10】



〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

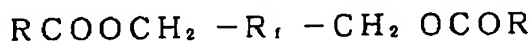
【請求項5】 非磁性支持体上に少なくとも磁性層を有してなる磁気記録媒体において、

上記磁性層の表面に末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖カルボン酸との化合物であり、下記



〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

【化12】

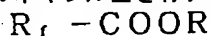


〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

【請求項6】 上記潤滑剤が磁性層の表面に0.5～100mg/m<sup>2</sup>の割合で塗布されていることを特徴とする請求項5記載の磁気記録媒体。

【請求項7】 非磁性支持体上に少なくとも磁性層を有してなる磁気記録媒体において、

上記磁性層の表面に末端にカルボキシル基を有するパー



〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

【化14】

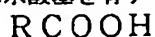


〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

【請求項8】 上記潤滑剤が磁性層の表面に0.5～100mg/m<sup>2</sup>の割合で塗布されていることを特徴とする請求項7記載の磁気記録媒体。

【請求項9】 非磁性支持体上に少なくとも磁性層を有してなる磁気記録媒体において、

上記磁性層の表面に末端に水酸基を有するパーフルオロ



〔但し、上式中、 $R$  は炭素数7～30のフッ化アルキル基を表す。〕

【化16】

の化11又は化12で示されるエステル化合物からなる潤滑剤を保有することを特徴とする磁気記録媒体。

【化11】

フルオロポリエーテルと長鎖アルコールとの化合物であり、下記の化13又は化14で示されるエステル化合物からなる潤滑剤を保有することを特徴とする磁気記録媒体。

【化13】

ポリエーテルと下記の化15で示されるフッ化アルキル基を有するカルボン酸との化合物であり、下記の化16又は化17で示されるエステル化合物からなる潤滑剤を保有することを特徴とする磁気記録媒体。

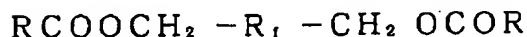
【化15】





〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

【化17】



〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

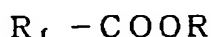
【請求項10】 上記潤滑剤が磁性層の表面に0.5～100mg/m<sup>2</sup>の割合で塗布されていることを特徴とする請求項10記載の磁気記録媒体。

【請求項11】 非磁性支持体上に少なくとも磁性層を有してなる磁気記録媒体において、  
上記磁性層の表面に末端にカルボキシル基を有するパー



〔但し、上式中、 $R$  は炭素数7～30のフッ化アルキル基を表す。〕

【化19】



〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

【化20】



〔但し、上式中、 $R_f$  はパーフルオロポリエーテル鎖を表す。  
また、 $R$  はアルキル基又はフッ化アルキル基を表す。〕

【請求項12】 上記潤滑剤が磁性層の表面に0.5～100mg/m<sup>2</sup>の割合で塗布されていることを特徴とする請求項11記載の磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録媒体における潤滑剤及びそれを用いた磁気記録媒体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 例えば、強磁性金属材料を蒸着等の手法により非磁性支持体の表面に被着し、これを磁性層としたいわゆる金属磁性薄膜型の磁気記録媒体では、磁性層表面の平滑性が極めて良好であるため、磁気ヘッドやガイドローラー等の摺動部材に対する実質的な接触面積が大きく、従って摩擦係数が大きくなり凝着現象（いわゆる張り付き）が起き易く走行性や耐久性に欠ける等問題点が多い。

【0003】 そこで、これら問題点を改善するために各種の潤滑剤を使用することが検討されており、従来より高級脂肪酸やそのエステル等を上記磁気記録媒体の磁性層にトップコートすることにより摩擦係数を抑えようとする試みがされている。

フルオロポリエーテルと下記の化18で示されるフッ化アルキル基を有するアルコールとの化合物であり、下記の化19又は化20で示されるエステル化合物からなる潤滑剤を保有することを特徴とする磁気記録媒体。

【化18】

【0004】 ところで、磁気記録媒体に使用される潤滑剤には、その性質上非常に厳しい特性が要求され、従来用いられている潤滑剤では対応することが難しいのが現状である。

【0005】 即ち、磁気記録媒体に使用される潤滑剤には、（1）寒冷地での使用に際して所定の潤滑効果が確保されるように低温特性に優れること、（2）磁気ヘッドとのスペーシングが問題となるので極めて薄く塗布できることと、その場合にも十分な潤滑特性が発揮されること、（3）長時間、あるいは長時間の使用に耐え、潤滑効果が持続すること、等が要求される。

【0006】 しかしながら、従来より使用されていた高級脂肪酸やそのエステル等は、0℃以下のような低温条件上では凍結して固化して潤滑剤としての機能が損なわれたり、長時間の耐久性に欠ける傾向にある。また、パーフルオロポリエーテル類を潤滑剤として使用する方法も提案されているが、パーフルオロポリエーテルは、フロン系溶媒にしか溶解性を示さないことから、環境問題等の点で必ずしも好ましい材料であるとは言えない。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 このように、磁気記録媒体の分野においては、使用される潤滑剤の能力不足に起

因して、走行性や耐久性等の実用特性に不満を残している。そこで本発明は、各種使用条件下において優れた潤滑性を発揮する潤滑剤を提供するとともに、走行性、耐摩耗性、耐久性等に優れた磁気記録媒体を提供することを目的とするものである。

#### 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上述の目的を達成せんものと鋭意研究を重ねた結果、末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖カルボン酸又はフッ化アルキル基を有するカルボン酸とのエステル化合物や、末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖アルコール又はフッ化アルキル基を有するアルコールとのエステル化合物を潤滑剤として使用することにより、優れた潤滑効果が得られることを見だし本発明を完成するに至った。

【0009】即ち、本願の第1乃至第4の発明にかかる潤滑剤は、末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖カルボン酸又はフッ化アルキル基を有するカルボン酸とのエステル化合物や、末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖アルコール又はフッ化アルキル基を有するアルコールとのエステル化合物からなることを特徴とするものである。

【0010】また、本願の第5乃至第8の発明にかかる磁気記録媒体は、非磁性支持体上に少なくとも磁性層を有してなる磁気記録媒体において、上記磁性層の表面に上述の第1乃至第4の発明における潤滑剤を保有することを特徴とするものである。

【0011】本願の第1乃至第2の発明にかかる潤滑剤は、末端に水酸基又はカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルと、長鎖カルボン酸又は長鎖アルコールとのエステル化合物からなるものであり、また本願の第3乃至第4の発明にかかる潤滑剤は、末端に水酸基又はカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルと、フッ化アルキル基を有するカルボン酸又はフッ化ア

ルキル基を有するアルコールとのエステル化合物からなるものである。これらエステル化合物は、低温低温下、或いは高温高温下のような過酷な条件下で使用した場合にも優れた潤滑性を発揮し、しかもその効果が長時間に亘り維持されるものである。

【0012】従って、これらエステル化合物を磁気記録媒体の潤滑剤として用いれば、優れた潤滑効果により摩擦係数の低減化が図られ、走行性、耐摩耗性、耐久性等を大幅に改善することができる。また、上記エステル化合物は、フロン系溶媒以外の有機溶媒（例えばn-ヘキサンやエタノール等）にも可溶性を示すことから、フロン系溶媒の使用量を減少、或いは不使用とすることができ、環境問題等の点でも好都合である。

【0013】先ず、本願の第1の発明において、末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖カルボン酸とのエステル化合物は、例えば末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルとカルボン酸クロリド塩基を触媒として反応させることによって得られるものである。

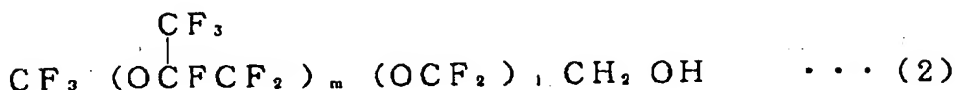
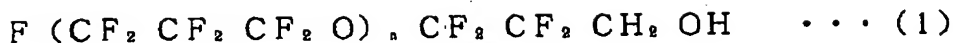
【0014】このエステル化合物を合成する際に使用される末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルとしては、水酸基を少なくとも一方の末端（片末端）に有するもの（単官能パーフルオロポリエーテル）でも良く、水酸基を両方の末端に有するもの（多官能パーフルオロポリエーテル）でも良く、またその置換位置によらずに使用することができる。

【0015】具体的に例示するならば、単官能パーフルオロポリエーテルとしては、下記の（1）～（2）式で表されるもの等が挙げられ、多官能パーフルオロポリエーテルとしては、下記の（3）式で表されるもの等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

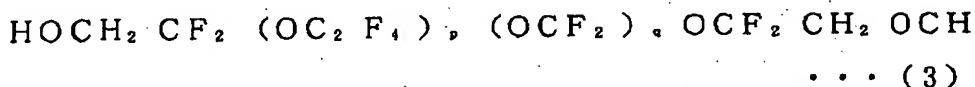
#### 【0016】

#### 【化21】

## (a) 単官能パーフルオロポリエーテル

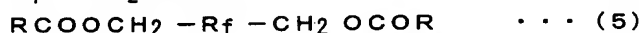


## (b) 多官能パーフルオロポリエーテル



【0017】但し、上記(1)～(3)式中、p、q、l、m、nは、1以上の整数をそれぞれ表す。また、この末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルの分子量は、特に制約されるものではないが、実用的には600～5000程度が好ましい。分子量が大きすぎると、末端基の吸着基としての効果が薄れると同時に、パーフルオロポリエーテル鎖が大きくなる分フロンの使用量が増加する。逆に、分子量が小さすぎると、パーフルオロポリエーテル鎖による潤滑効果が失われてしまう。

【0018】なお、この末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルにおいては、パーフルオロポリエーテル鎖が部分水素化されていてもよい。即ち、パーフルオ



但し、上記(4)～(5)式中、 $R_f$ は、パーフルオロポリエーテル鎖を表す。また、Rは、アルキル基を表す。

【0021】ここで、上記長鎖カルボン酸としては、その構造等は任意であり、分岐構造、異性体構造、脂環構造、不飽和結合の有無によらず選択することができる。また、その分子量に関しても任意であるが、分子量が小さくなるに従ってフロン以外の有機溶媒に溶解し難くなることから、少なくともアルキル基の炭素数が10以上とされることが好ましい。

【0022】また、本願の第2の発明において、末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖アルコールとのエステル化合物は、例えば末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖アルコールとを無水トルエン中で例えばp-トルエンスル

ロポリエーテル鎖のフッ素原子の一部(50%以下)を水素原子で置き換えても良い。この場合には、パーフルオロポリエーテルとして部分水素化したパーフルオロポリエーテルを使用すれば良く、これによってフロン系溶媒の使用量を減らすことが可能となる。

【0019】一方、上記カルボン酸クロリド塩基としては、市販品、或いは合成品が何れも使用可能である。

【0020】このように合成される末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖カルボン酸とのエステル化合物は、下記の(4)式又は(5)式に示す一般式で表される。

ホン酸や濃硫酸を触媒として反応させることによって得られるものである。

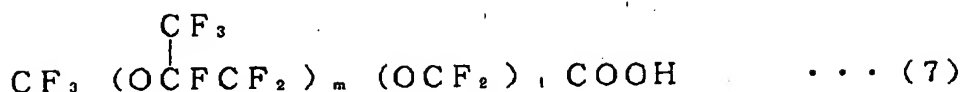
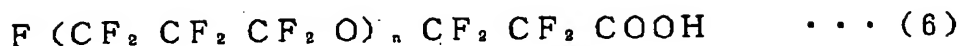
【0023】このエステル化合物を合成する際に使用される末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとしては、単官能パーフルオロポリエーテルでも良く、多官能パーフルオロポリエーテルでも良く、またその置換位置によらずに使用することができる。

【0024】具体的に例示するならば、単官能パーフルオロポリエーテルとしては、下記の(6)～(7)式で表されるもの等が挙げられ、多官能パーフルオロポリエーテルとしては、下記の(8)式で表されるもの等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

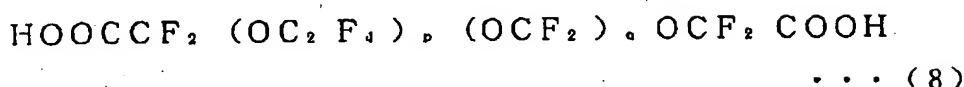
【0025】

【化22】

## (a) 単官能パーフルオロポリエーテル

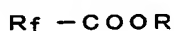


## (b) 多官能パーフルオロポリエーテル



【0026】但し、上記(6)～(8)式中、p、q、l、m、nは、1以上の整数をそれぞれ表す。また、この末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルの分子量は、特に制約されるものではないが、実用的には600～5000程度が好ましい。分子量が大きすぎると、末端基の吸着基としての効果が薄れると同時に、パーフルオロポリエーテル鎖が大きくなる分フロンの使用量が増加する。逆に、分子量が小さすぎると、パーフルオロポリエーテル鎖による潤滑効果が失われてしまう。

【0027】なお、この末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルにおいては、上述の本願の第

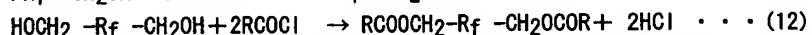
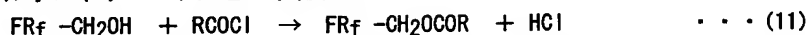


... (9)

... (10)

但し、上記(9)～(10)式中、Rfは、パーフルオロポリエーテル鎖を表す。また、Rはアルキル基を表す。このアルキル基Rは、その構造等は任意であり、分岐構造、異性体構造、脂環構造、不飽和結合の有無によらず選択することができる。また、その分子量に関しても任意であるが、フロン以外の有機溶媒に対する溶解性を考慮すると、好ましくはその炭素数が6以上とされる。

【0030】また、本願の第3の発明において、末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルとフッ化アル



【0032】このエステル化合物を合成する際に使用される末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルとしては、単官能パーフルオロポリエーテルでも良く、多官能パーフルオロポリエーテルでも良く、またその置換位置によらずに使用することができる。

【0033】具体的に例示するならば、単官能パーフルオロポリエーテルとしては、下記の(13)～(15)

1の発明の場合と同様にパーフルオロポリエーテル鎖が部分水素化されていてもよい。

【0028】一方、上記長鎖アルコールとしては、市販品、或いは合成品が何れも使用可能である。また、その分子量が小さくなるに従ってフロン以外の有機溶媒に溶解し難くなることから、少なくともその1個のアルキル基の炭素数が6以上とされることが好ましい。

【0029】このように合成される末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖アルコールとのエステル化合物は、下記の(9)式又は(10)式に示す一般式で表される。

キル基を有するカルボン酸とのエステル化合物は、例えば末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテル( $\text{FRf}-\text{CH}_2\text{OH}$ 又は $\text{HOCH}_2-\text{Rf}-\text{CH}_2\text{OH}$ )と、該パーフルオロポリエーテルに含まれる水酸基と等モル量のフッ化アルキル基を有するカルボン酸( $\text{RCOOH}$ )から導いた対応する酸クロライド( $\text{RCOCl}$ )とを混合することによって得られるものである。

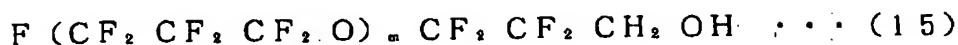
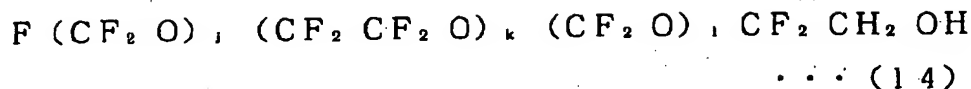
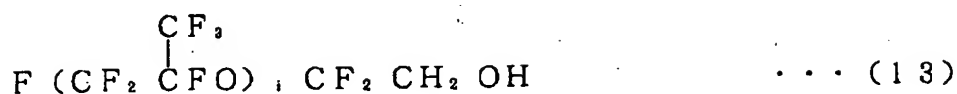
【0031】このエステル化合物の合成反応は、下記の(11)式、或いは(12)式で表される。

式で表されるものが挙げられ、多官能パーフルオロポリエーテルとしては、下記の(16)～(18)式で表されるもの等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

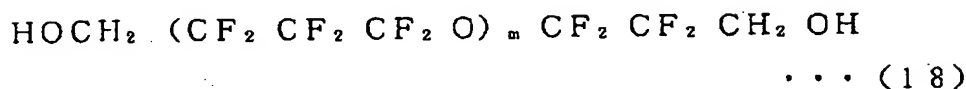
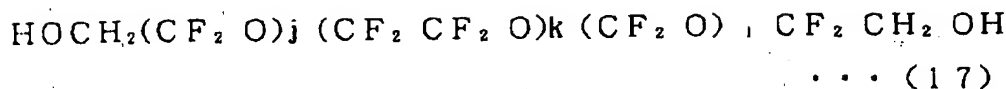
【0034】

【化23】

## (a) 単官能パーフルオロポリエーテル



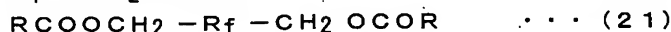
## (b) 多官能パーフルオロポリエーテル



【0035】但し、上記(13)～(18)式中、 $i$ ,  $j$ ,  $k$ ,  $l$ ,  $m$ は、それぞれ整数を表す。また、この末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルの分子量は、特に制約されるものではないが、実用的には600～5000程度が好ましい。分子量が大きすぎると、末端基の吸着基としての効果が薄れると同時に、パーフルオロポリエーテル鎖が大きくなる分フロンの使用量が増加する。逆に、分子量が小さすぎると、パーフルオロポ

$\text{RCOOH}$

但し、上記(19)式中、 $R$ は炭素数が7～30のフッ化アルキル基を表す。また、このフッ化アルキル基を有するカルボン酸において、その構造等は任意であり、分岐構造、環状基、芳香環、不飽和結合の有無によらず選択することができる。



但し、上記(20)～(21)式中、 $R_f$ は、パーフルオロポリエーテル鎖を表す。また、 $R$ は、フッ化アルキ

リエーテル鎖による潤滑効果が失われてしまう。

【0036】なお、この末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルにおいては、上述の本願の第1の発明の場合と同様にパーフルオロポリエーテル鎖が部分水素化されていてもよい。

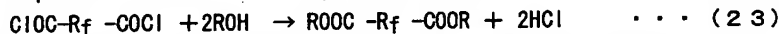
【0037】一方、上記フッ化アルキル基を有するカルボン酸としては、下記の(19)式で表される一般式を有するものが使用される。

$\dots (19)$

【0038】このように合成される末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとフッ化アルキル基を有するカルボン酸とのエステル化合物は、下記の(20)式又は(21)式に示す一般式で表される。

【0039】更に、本願の第4の発明において、末端に

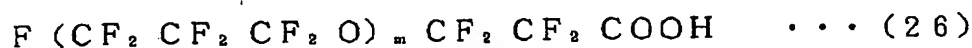
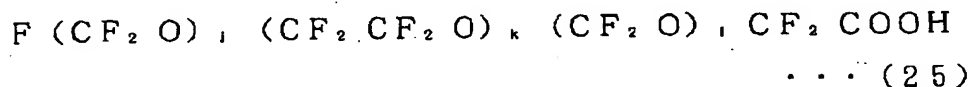
カルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとフッ化アルキル基を有するアルコールとのエステル化合物は、例えば末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテル ( $\text{FR}_f\text{-COOH}$  又は  $\text{HOOC-R}_f\text{-COOH}$ ) から導いた対応する酸クロライド ( $\text{FR}_f\text{-COCl}$  又は  $\text{ClOC-R}_f\text{-COCl}$ ) と、上記パーフルオロポリエーテルに含まれるカ



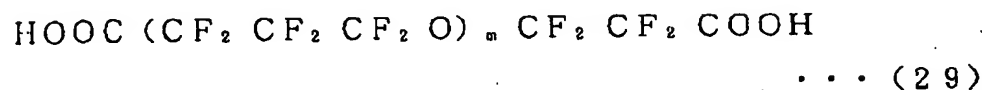
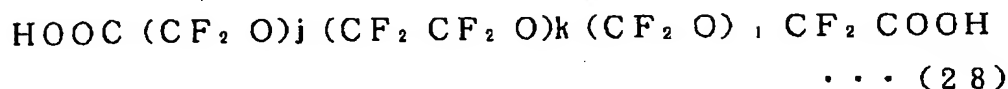
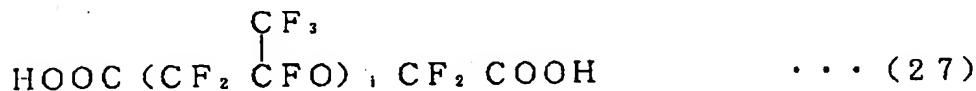
【0041】このエステル化合物を合成する際に使用される末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとしては、単官能パーフルオロポリエーテルでも良く、多官能パーフルオロポリエーテルでも良く、またその置換位置によらずに使用することができる。

【0042】具体的に例示するならば、単官能パーフルオロポリエーテルとしては、下記の(24)～(26)

(a) 単官能パーフルオロポリエーテル



(b) 多官能パーフルオロポリエーテル



【0044】但し、上記(24)～(29)式中、i, j, k, l, mは、それぞれ整数を表す。また、この末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテル

ルボキシル基と等モル量のフッ化アルキル基を有するアルコール ( $\text{ROH}$ ) とを混合することによって得られるものである。

【0040】このエステル化合物の合成反応は、下記の(22)式、或いは(23)式で表される。

式で表されるもの等が挙げられ、多官能パーフルオロポリエーテルとしては、下記の(27)～(29)式で表されるもの等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0043】

【化24】

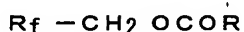
の分子量は、特に制約されるものではないが、実用的には600～5000程度が好ましい。分子量が大きすぎると、末端基の吸着基としての効果が薄れると同時に、

パーフルオロポリエーテル鎖が大きくなる分フロンの使用量が増加する。逆に、分子量が小さすぎると、パーフルオロポリエーテル鎖による潤滑効果が失われてしまう。

【0045】なお、この末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルにおいては、上述の本願の第



但し、上記(30)式中、Rは炭素数が7~30のフッ化アルキル基を表す。また、このフッ化アルキル基を有するアルコールにおいて、その構造等は任意であり、分岐構造、環状基、芳香環、不飽和結合の有無によらず選択することができる。



但し、上記(31)~(32)式中、Rfは、パーフルオロポリエーテル鎖を表す。また、Rは、フッ化アルキル基を表す。

【0048】また、本願の第5乃至第8の発明にかかる磁気記録媒体は、磁性層の表面に潤滑剤として上述の本願の第5乃至第8の発明にかかるエステル化合物を保有するものである。

【0049】ここで、本発明が適用される磁気記録媒体としては、特に限定されないが、本発明は、特に非磁性支持体表面に蒸着法やスパッタリング法等の手法により金属磁性薄膜が磁性層として被着形成されてなる、所謂金属磁性薄膜型の磁気記録媒体に適用して有効である。勿論、本発明が適用される磁気記録媒体において、膜構成等は任意であり、例えば非磁性支持体と磁性層との間に下地層を介した構成であっても良い。

【0050】この金属磁性薄膜型の磁気記録媒体において、非磁性支持体、金属磁性薄膜等の種類は、何ら限定されるものではなく、従来より知られるものが何でも使用できる。例示するならば、非磁性支持体としては、例えばポリエステル類、ポリオレフィン類、セルロース誘導体、ビニル系樹脂、ポリイミド類、ポリアミド類、ポリカーボネート等に代表されるようなプラスチック材料により形成される高分子支持体や、アルミニウム合金、チタン合金等からなる金属基板、アルミナガラス等からなるセラミック基板、ガラス基板等が何れも使用可能である。このうち、Al合金板やガラス板等の剛性を有する基板が使用される場合には、基板表面にアルマイト処理等の酸化皮膜やNi-P皮膜等を形成してその表面を硬くするようにしてもよい。

【0051】また、この非磁性支持体の形状は、何ら限定されるものではなく、テープ状、シート状、ドラム状等、如何なる形態であってもよい。更に、この非磁性支持体には、その表面性をコントロールするために、微細な凹凸が形成されていてもよい。

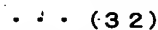
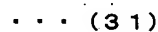
【0052】上記金属磁性薄膜は、メッキやスパッタリング、真空蒸着等の真空薄膜形成技術により連続膜とし

1の発明の場合と同様にパーフルオロポリエーテル鎖が部分水素化されていてもよい。

【0046】一方、上記フッ化アルキル基を有するアルコールとしては、下記の(30)式で表される一般式を有するものが使用される。



【0047】このように合成される末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとフッ化アルキル基を有するアルコールとのエステル化合物は、下記の(31)式又は(32)式に示す一般式で表される。



て形成されるもので、例えばFe、Co、Ni等の金属やCo-Ni系合金、Co-Pt系合金、Co-Pt-Ni系合金、Fe-Co系合金、Fe-Ni系合金、Fe-Co-Ni系合金、Fe-Ni-B系合金、Fe-Co-B系合金、Fe-Co-Ni-B系合金等からなる面内磁化記録金属磁性膜やCo-Cr系合金薄膜が使用可能とされる。

【0053】特に、面内磁化記録金属磁性薄膜の場合、予め非磁性支持体上にBi、Sb、Pb、Sn、Ga、In、Ge、Si、Ti等の低融点非磁性材料の下地層を形成しておき、金属磁性材料を垂直方向から蒸着あるいはスパッタし、金属磁性薄膜中にこれら低融点非磁性材料を拡散せしめ、配向性を解消して面内等方性を確保するとともに、抗磁性を向上するようにしても良い。

【0054】また、上述のように非磁性支持体の構成材料として剛性を有する基板(ハードディスク)が使用される場合には、上記金属磁性薄膜の表面に例えばカーボン膜、ダイヤモンド状あるいはアモルファス状カーボン膜、酸化クロム膜、SiO<sub>2</sub>膜等の硬質保護膜を形成するようにしてもよい。

【0055】かかる磁気記録媒体において、上述の第1乃至第4の発明の潤滑剤を保有せしめる方法としては、上記金属磁性薄膜等からなる磁性層の表面や上記保護膜の表面に潤滑剤層をトップコートする方法が挙げられる。この場合、使用される潤滑剤の塗布量としては、0.5~100mg/m<sup>2</sup>であることが好ましく、1~20mg/m<sup>2</sup>であることがより好ましい。

【0056】また、本発明で潤滑剤として使用されるエステル化合物は、単独で磁気記録媒体の潤滑剤として用いてもよいが、従来公知の潤滑剤と組み合わせ用いてもよい。

【0057】更に、より厳しい条件に対処し、潤滑効果を持続させるために、重量比30:70~70:30程度の配合比で極圧剤を併用してもよい。この極圧剤は、境界潤滑領域において部分的に金属接触を生じたときにこれに伴う摩擦熱によって金属面と反応し、反応生成物

皮膜を形成することにより摩擦、摩耗防止作用を行うものであって、例えばリン系極圧剤、硫黄系極圧剤、ハロゲン系極圧剤、有機金属系極圧剤、複合系極圧剤等のいずれも使用可能である。

【0058】また、本発明の磁気記録媒体においては、上述の潤滑剤、極圧剤の他、必要に応じて、防錆剤を併用してもよい。防錆剤としては、通常この種の磁気記録媒体の防錆剤として使用されるものであればいずれも使用でき、例えばフェノール類、ナフトール類、キノン類、窒素原子を含む複素環化合物、酸素原子を含む複素環化合物、硫黄原子を含む複素環化合物等である。

【0059】ところで、上述の金属磁性薄膜型の磁気記録媒体においては、磁性層である金属磁性薄膜の他に、バックコート層や下塗層等が必要に応じて形成されていてもよい。

【0060】例えば、バックコート層は、所謂塗布型の磁気記録媒体において使用される磁性塗膜と同様の樹脂結合剤に、導電性を付与するためのカーボン系微粉末や表面粗度をコントロールするための無機顔料等を添加し、これを塗布形成することによって得られるものであるが、本発明では、このバックコート層中に上記エステル化合物からなる潤滑剤を内添、あるいはトップコートにより含有せしめてもよい。

【0061】また、本発明においては、磁性塗膜、金属磁性薄膜及びバックコート層等にいずれも上記エステル化合物からなる潤滑剤を内添、或いはトップコートしても良く、種々の組み合わせが可能である。

#### 【0062】

【作用】末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖カルボン酸又はフッ化アルキル基を有するカルボン酸とのエステル化合物や、末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖アルコール又はフッ化アルキル基を有するアルコールとのエステル化合物からなる潤滑剤は、良好な潤滑性を有しており、この効果を低温低湿下、或いは高温高湿下のような厳しい条件下においても発揮する上、長期に亘って潤滑性が低下しない。

【0063】従って、磁気記録媒体において、上記潤滑剤を磁性層の表面に保有せしめることにより、上記潤滑剤の有する優れた潤滑効果により摩擦係数が低減され、走行性、耐久性が改善される。

#### 【0064】

【実施例】以下、本発明の具体的な実施例について説明するが、本発明はこの実施例に限定されるものではないことはいうまでもない。

#### —実験1—

本実験では、末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖カルボン酸とのエステル化合物を潤滑剤として使用し、この潤滑剤が磁性層の表面に塗布されてなる所謂金属磁性薄膜型の磁気テープについて、種々の使用条件下での耐久性、走行性を検討した。

#### 【0065】エステル化合物の合成

まず、末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルとして分子量2000の $\text{HOCH}_2\text{CF}_2(\text{OCF}_2)_p(\text{OCF}_2)_q\text{OCF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ （但し、 $p$ 、 $q$ は、1以上の整数をそれぞれ表す。）を用い、このパーフルオロポリエーテルとモル比で2倍等量のトリエチルアミンをフロンに溶解させ、この溶液中に更にモル比で2倍等量のステアリン酸クロリド30分かけて滴下した。

【0066】滴下終了後、1時間攪拌し、続いて30分間加熱還流を行った。そして、冷却した後、蒸留水、希塩酸水溶液の順に洗浄し、再度蒸留水により洗浄液が中性になるまで洗浄した。続いて、有機溶媒を除去し、得られた化合物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーを用いて精製した。

【0067】ここで、精製された化合物1の赤外線吸収スペクトルを調べた。この結果を図1に表す。図1に示すように、 $2920\text{ cm}^{-1}$ と $2850\text{ cm}^{-1}$ にC—H結合の伸縮振動が現れるとともに、 $1765\text{ cm}^{-1}$ にカルボニル基の伸縮振動、また $1350\text{ cm}^{-1}$ から $1000\text{ cm}^{-1}$ にかけてC—F結合の伸縮振動がそれぞれ現れ、一方 $3690\text{ cm}^{-1}$ 付近の水酸基に由来する吸収が消失していることから、この化合物1をパーフルオロポリエーテルのステアリン酸エステル $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOCH}_2\text{CF}_2(\text{OCF}_2)_p(\text{OCF}_2)_q\text{OCF}_2\text{CH}_2\text{OOC}_{17}\text{H}_{35}$ （但し、 $p$ 、 $q$ は、1以上の整数をそれぞれ表す。）に同定できる。

【0068】次に、上記化合物1と同様にして下記の表1に示すような種々の両方の末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖カルボン酸とのエステル化合物（化合物2～14）を合成した。なお、表1中、 $p$ 、 $q$ 、 $l$ 、 $m$ 、 $n$ は、1以上の整数をそれぞれ表す。

#### 【0069】

#### 【表1】



	RCOOCH <sub>2</sub> -R <sub>f</sub> - CH <sub>2</sub> OCOR	
	パーフルオロポリエーテル鎖R <sub>f</sub>	アルキル基R
化合物1	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>
化合物2	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>
化合物3	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>
化合物4	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>
化合物5	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>
化合物6	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>
化合物7	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>14</sub> H <sub>29</sub>
化合物8	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>25</sub>
化合物9	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>10</sub> H <sub>21</sub>
化合物10	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>25</sub>
化合物11	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> =CHC <sub>16</sub> H <sub>33</sub>
化合物12	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> (フェニル基)
化合物13	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ \text{CF}_3(\text{OCFCF}_2)_m(\text{OCF}_2)_1 \end{array}$	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>
化合物14	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ \text{CF}_3(\text{OCFCF}_2)_m(\text{OCF}_2)_1 \end{array}$	C <sub>12</sub> H <sub>25</sub>

【0070】 以上のようにして合成された化合物1～14を潤滑剤として用い、下記の手順に従って14種類のサンプルテープを作製した。

#### 【0071】 サンプルテープの作製

14μ厚のポリエチレンテレフタレートフィルムに斜方蒸着法によりCoを被着させ、膜厚100nmの金属磁性薄膜を成膜した。次に、上記表1中に示される化合物1～14をフレオンとエタノールの混合溶媒に溶解したものを上記金属磁性薄膜の表面に塗布量が5mg/m<sup>2</sup>となるように塗布した。

【0072】 そして、得られた磁気テープを8ミリ幅に裁断してサンプルテープ1～14とした。

#### 【0073】 耐久性及び走行性の評価

上述のようにして作製された各サンプルテープ1～14を用い、温度25℃湿度60%のとき、温度-5℃のとき、温度40℃湿度30%のときの各種使用条件下にて

摩擦係数、スチル耐久性、シャトル耐久性をそれぞれ測定した。なお、比較用として、全く潤滑剤を使用していないブランクテープ（比較例1とする。）、及び潤滑剤として下記の表2に示す末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテル（表2中、p, q, l, m, nは、1以上の整数をそれぞれ表す。）を単独で使用したサンプルテープ（比較例2～4とする。）についても同様に測定した。この結果を下記の表3乃至表5に示す。

【0074】 表3乃至表5中、上記スチル耐久性は、ポーズ状態において出力が3dB低下するまでに要した時間を表し、シャトル耐久性は、1回につき2分間のシャトル走行を行った時の出力が3dB低下するまでのシャトル回数を表す。

#### 【0075】

#### 【表2】

	使用した潤滑剤 (パーフルオロポリエーテル)
比較例 1	_____
比較例 2	$F(CF_2CF_2CF_2O)_n CF_2CF_2CH_2OH$
比較例 3	$  \begin{array}{c}  CF_3 \\    \\  CF_3(OCFCF_2)_m(OCF_2)_lCH_2OH  \end{array}  $
比較例 4	$HOH_2CCF_2(OC_2F_4)_p(OCF_2)_qOCF_2CH_2OH$

【0076】

【表3】

サンプルテープ No.	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
1	25°C, 60%RH	0. 17	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 20	> 120	> 150
	-5°C	0. 16	> 120	> 150
2	25°C, 60%RH	0. 18	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 21	> 120	> 150
	-5°C	0. 17	> 120	> 150
3	25°C, 60%RH	0. 18	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 22	> 120	> 150
	-5°C	0. 18	> 120	> 150
4	25°C, 60%RH	0. 19	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 23	> 120	> 150
	-5°C	0. 20	> 120	> 150
5	25°C, 60%RH	0. 17	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 19	> 120	> 150
	-5°C	0. 17	> 120	> 150

【0077】

【表4】

サンプル No.	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
6	25°C, 60%RH	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
7	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
8	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
9	25°C, 60%RH	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0
10	25°C, 60%RH	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
11	25°C, 60%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
12	25°C, 60%RH	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
13	25°C, 60%RH	0. 1 5	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 7	> 1 2 0	> 1 5 0
14	25°C, 60%RH	0. 1 6	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 1 8	> 1 2 0	> 1 5 0

【0078】

【表5】

	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
比較例 1	25°C, 60%RH	0. 9	2	3
	40°C, 30%RH	—	—	—
	-5°C	—	—	—
比較例 2	25°C, 60%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	9 1	5 5
	-5°C	0. 2 1	5 1	6 0
比較例 3	25°C, 60%RH	0. 2 2	9 9	1 1 0
	40°C, 30%RH	0. 2 5	9 1	4 1
	-5°C	0. 2 3	4 3	3 0
比較例 4	25°C, 60%RH	0. 1 9	1 2 0	1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 4	1 1 6	5 0
	-5°C	0. 2 1	6 4	6 5

【0079】表3～5に示すように、潤滑剤として末端

に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルを単独で用

いた場合と比較して、長鎖カルボン酸とのエステル化合物として使用した場合では、高温多湿、或いは低温低湿等の様々な使用条件下においても摩擦係数やステル耐久性、シャトル耐久性の劣化が極めて少なく、非常に良好な結果が得られた。

#### 【0080】—実験2—

本実験では、末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖アルコールとのエステル化合物を潤滑剤として使用し、この潤滑剤が磁性層の表面に塗布されてなる所謂金属磁性薄膜型の磁気テープについて、種々の使用条件下での耐久性、走行性を検討した。

#### 【0081】エステル化合物の合成

先ず、末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとして分子量2000の $\text{HOOCCF}_2(\text{OC}_2\text{F}_4)_p(\text{OCF}_2)_q\text{COOH}$ （但し、 $p, q$ は、1以上の整数をそれぞれ表す。）を用い、このパーフルオロポリエーテルとモル比で2倍等量のステアリルアルコールを無水トルエン中で少量の

ートルエンスルホン酸と濃硫酸を触媒として加熱還流させた。この時、生成される水分を除去しながら行った。

【0082】反応終了後、トルエンを除去した後、得られた化合物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーを用

いて精製した。

【0083】ここで、精製された化合物15の赤外線吸収スペクトルを調べた。この結果を図2に表す。図2に示すように、 $2920\text{ cm}^{-1}$ と $2850\text{ cm}^{-1}$ にC-H結合の伸縮振動が現れるとともに、 $1760\text{ cm}^{-1}$ のカルボニル基の伸縮振動が $1790\text{ cm}^{-1}$ に移動し、また $1300\text{ cm}^{-1}$ から $1060\text{ cm}^{-1}$ にかけてC-F結合の伸縮振動がそれぞれ現れ、一方 $3600\text{ cm}^{-1}$ 付近の水酸基に由来する吸収が消失していることから、この化合物15をパーフルオロポリエーテルのステアリン酸エステル $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{OOCF}_2(\text{OC}_2\text{F}_4)_p(\text{OCF}_2)_q\text{COOC}_{17}\text{H}_{35}$ （但し、 $p, q$ は、1以上の整数をそれぞれ表す。）に同定できる。

【0084】次に、上記化合物15と同様にして下記の表6に示すような種々の両方の末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖アルコールとのエステル化合物（化合物16～28）を合成した。なお、表6中、 $p, q, l, m, n$ は、1以上の整数をそれぞれ表す。

#### 【0085】

#### 【表6】

	ROOC-R <sub>1</sub> -COOR		
	パーフルオロポリエーテル鎖R <sub>1</sub>	アルキル基R	分子量
化合物15	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	2000
化合物16	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>16</sub> H <sub>33</sub>	2000
化合物17	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>14</sub> H <sub>29</sub>	2000
化合物18	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>25</sub>	2000
化合物19	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>35</sub>	2000
化合物20	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	iso-C <sub>18</sub> H <sub>35</sub>	2000
化合物21	CF <sub>2</sub> (OC <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>p</sub> (OCF <sub>2</sub> ) <sub>q</sub> OCF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>31</sub>	4000
化合物22	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	3500
化合物23	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> (フェニル基)	3500
化合物24	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>25</sub>	3500
化合物25	F(CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> CF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub>	C <sub>24</sub> H <sub>49</sub>	3500
化合物26	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ \text{CF}_2(\text{OCFCF}_2)_m(\text{OCF}_2)_1 \end{array}$	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	650
化合物27	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ \text{CF}_2(\text{OCFCF}_2)_m(\text{OCF}_2)_1 \end{array}$	CH <sub>2</sub> =CHC <sub>16</sub> H <sub>32</sub>	650
化合物28	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ \text{CF}_2(\text{OCFCF}_2)_m(\text{OCF}_2)_1 \end{array}$	iso-C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	650

## 【0086】サンプルテープの作製

以上のようにして合成された化合物15～28を潤滑剤として用いた他は、上記実験1と同様にして各種サンプルテープ15～28を作製した。

## 【0087】耐久性及び走行性の評価

上述のようにして作製された各サンプルテープ15～28を用い、上記実験1と同様に各種使用条件下にて摩擦係数、スチル耐久性、シャトル耐久性をそれぞれ測定した。なお、比較用として、全く潤滑剤を使用していない

ブランクテープ（比較例5とする。）、及び潤滑剤として下記の表7に示す末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテル（表7中、p, q, l, m, n は、1以上の整数をそれぞれ表す。）を単独で使したサンプルテープ（比較例6～8とする。）についても同様に測定した。この結果を下記の表8乃至10に示す。

## 【0088】

## 【表7】

	使用した潤滑剤（パーフルオロポリエーテル）
比較例 5	_____
比較例 6	$\text{HOCCF}_2(\text{OC}_2\text{F}_4)_n(\text{OCF}_2)_m\text{OCF}_2\text{COOH}$
比較例 7	$\text{F}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COOH}$
比較例 8	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ \text{CF}_3(\text{OCF}_2\text{CF}_2)_m(\text{OCF}_2)_n\text{COOH} \end{array}$

【0089】

【表8】

サンプル番号 No.	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
15	25°C, 60%RH	0.17	>120	>150
	40°C, 30%RH	0.20	>120	>150
	-5°C	0.17	>120	>150
16	25°C, 60%RH	0.17	>120	>150
	40°C, 30%RH	0.21	>120	>150
	-5°C	0.18	>120	>150
17	25°C, 60%RH	0.18	>120	>150
	40°C, 30%RH	0.22	>120	>150
	-5°C	0.18	>120	>150
18	25°C, 60%RH	0.18	>120	>150
	40°C, 30%RH	0.23	>120	>150
	-5°C	0.19	>120	>150
19	25°C, 60%RH	0.18	>120	>150
	40°C, 30%RH	0.22	>120	>150
	-5°C	0.18	>120	>150

【0090】

【表9】

サンプルNo.	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
20	25°C, 60%RH	0. 19	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 23	> 120	> 150
	-5°C	0. 19	> 120	> 150
21	25°C, 60%RH	0. 20	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 23	> 120	> 150
	-5°C	0. 21	> 120	> 150
22	25°C, 60%RH	0. 18	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 22	> 120	> 150
	-5°C	0. 19	> 120	> 150
23	25°C, 60%RH	0. 21	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 22	> 120	> 150
	-5°C	0. 21	> 120	> 150
24	25°C, 60%RH	0. 19	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 22	> 120	> 150
	-5°C	0. 20	> 120	> 150
25	25°C, 60%RH	0. 17	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 19	> 120	> 150
	-5°C	0. 17	> 120	> 150
26	25°C, 60%RH	0. 18	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 20	> 120	> 150
	-5°C	0. 18	> 120	> 150
27	25°C, 60%RH	0. 18	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 21	> 120	> 150
	-5°C	0. 19	> 120	> 150
28	25°C, 60%RH	0. 20	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 23	> 120	> 150
	-5°C	0. 20	> 120	> 150

【0091】

【表10】

	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
比較例5	25°C, 60%RH	0. 9	2	3
	40°C, 30%RH	—	—	—
	-5°C	—	—	—
比較例6	25°C, 60%RH	0. 24	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 27	91	55
	-5°C	0. 25	51	60
比較例7	25°C, 60%RH	0. 22	> 120	120
	40°C, 30%RH	0. 23	76	46
	-5°C	0. 22	29	40
比較例8	25°C, 60%RH	0. 24	95	120
	40°C, 30%RH	0. 26	67	35
	-5°C	0. 25	20	30

【0092】表8～10に示すように、潤滑剤として末

端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテル

を単独で用いた場合と比較して、長鎖アルコールとのエステル化合物として使用した場合では、高温多湿、或いは低温低湿等の様々な使用条件下においても摩擦係数やスチル耐久性、シャトル耐久性の劣化が極めて少なく、非常に良好な結果が得られた。

#### 【0093】—実験3—

本実験では、末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルとフッ化アルキル基を有するカルボン酸とのエステル化合物を潤滑剤として使用し、この潤滑剤が磁性層の表面に塗布されてなる所謂金属磁性薄膜型の磁気テープについて、種々の使用条件下での耐久性、走行性を検

討した。

#### 【0094】エステル化合物の合成

まず、末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルと、このパーフルオロポリエーテルに含まれる水酸基と等モル量のフッ化アルキル基を有するカルボン酸から導いた対応する酸クロライドとを混合して、下記の表11に示すような種々のエステル化合物（化合物29～38）を合成した。なお、表11中、l, m, nは、それぞれ正の整数を表す。

#### 【0095】

【表11】

	パーフルオロポリエーテルの種類	パーフルオロポリエーテル鎖R <sub>1</sub>	フッ化アルキル基R
化合物29	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})_n (\text{CF}_2\text{O})_m \text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物30	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})_n (\text{CF}_2\text{O})_m \text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$
化合物31	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})_n (\text{CF}_2\text{O})_m \text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_{17}$
化合物32	多官能	$(\text{CF}_2\text{O})_n (\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_m (\text{CF}_2\text{O})_l \text{CF}_2$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物33	多官能	$(\text{CF}_2\text{O})_n (\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_m (\text{CF}_2\text{O})_l \text{CF}_2$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$
化合物34	多官能	$(\text{CF}_2\text{O})_n (\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_m (\text{CF}_2\text{O})_l \text{CF}_2$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_{17}$
化合物35	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})\text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物36	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})\text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$
化合物37	単官能	$(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n \text{CF}_2\text{CF}_2$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物38	単官能	$(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n \text{CF}_2\text{CF}_2$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$

#### 【0096】サンプルテープの作製

以上のようにして合成された化合物29～38を潤滑剤として用いた他は、上記実験1と同様にして各種サンプルテープ29～38を作製した。

#### 【0097】耐久性及び走行性の評価

上述のようにして作製された各サンプルテープ29～38を用い、上記実験1と同様に各種使用条件下にて摩擦

係数、スチル耐久性、シャトル耐久性をそれぞれ測定した。なお、比較用として、全く潤滑剤を使用していないブランクテープ（比較例9とする。）についても同様に測定した。この結果を下記の表12に示す。

#### 【0098】

【表12】



サンプルNo.	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
29	25°C, 60%RH	0. 22	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 25	> 60	> 150
	-5°C	0. 22	> 60	> 150
30	25°C, 60%RH	0. 20	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 22	> 60	> 150
	-5°C	0. 22	> 60	> 150
31	25°C, 60%RH	0. 20	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 23	> 60	> 150
	-5°C	0. 22	> 60	> 150
32	25°C, 60%RH	0. 23	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 25	> 60	> 150
	-5°C	0. 24	> 60	> 150
33	25°C, 60%RH	0. 22	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 25	> 60	> 150
	-5°C	0. 25	> 60	> 150
34	25°C, 60%RH	0. 22	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 22	> 60	> 150
	-5°C	0. 22	> 60	> 150
35	25°C, 60%RH	0. 21	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 23	> 60	> 150
	-5°C	0. 23	> 60	> 150
36	25°C, 60%RH	0. 20	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 22	> 60	> 150
	-5°C	0. 22	> 60	> 150
37	25°C, 60%RH	0. 22	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 24	> 60	> 150
	-5°C	0. 22	> 60	> 150
38	25°C, 60%RH	0. 20	> 120	> 150
	40°C, 30%RH	0. 22	> 60	> 150
	-5°C	0. 21	> 60	> 150
比較例9	25°C, 60%RH	0. 9	2	3
	40°C, 30%RH	> 0. 9	1	2
	-5°C	> 0. 9	< 1	< 2

【0099】表12に示すように、末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテルとフッ化アルキル基を有するカルボン酸とのエステル化合物を潤滑剤として使用することにより、摩擦係数、スチル耐久性、シャトル耐久性等は、各種条件でも劣化することなく非常に良好な結果が得られた。

#### 【0100】—実験4—

本実験では、末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとフッ化アルキル基を有するアルコールとのエステル化合物を潤滑剤として使用し、この潤滑剤が磁性層の表面に塗布されてなる所謂金属磁性薄膜型の磁気テープについて、種々の使用条件下での耐久性、走

行性を検討した。

#### 【0101】エステル化合物の合成

先ず、末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルから導いた対応する酸クロライドと、このパーフルオロポリエーテルに含まれるカルボキシル基と等モル量のフッ化アルキル基を有するアルコールとを混合して、下記の表13に示すような種々のエステル化合物（化合物39～48）を合成した。なお、表13中、l, m, nは、それぞれ正の整数を表す。

#### 【0102】

【表13】

	パーフルオロ ポリエーテル の種類	パーフルオロポリエーテル 鎖 R <sub>1</sub>	フッ化 アルキル基 R
化合物39	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})_n (\text{CF}_2\text{O})_m \text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物40	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})_n (\text{CF}_2\text{O})_m \text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$
化合物41	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})_n (\text{CF}_2\text{O})_m \text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_{17}$
化合物42	多官能	$(\text{CF}_2\text{O})_n (\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_m (\text{CF}_2\text{O})_l \text{CF}_2$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物43	多官能	$(\text{CF}_2\text{O})_n (\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_m (\text{CF}_2\text{O})_l \text{CF}_2$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$
化合物44	多官能	$(\text{CF}_2\text{O})_n (\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_m (\text{CF}_2\text{O})_l \text{CF}_2$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_{17}$
化合物45	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})\text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物46	単官能	$\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\   \\ (\text{CF}_2\text{CFO})\text{CF}_2 \end{array}$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$
化合物47	単官能	$(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n \text{CF}_2\text{CF}_2$	$\text{C}_8\text{F}_{17}(\text{CH}_2)_9$
化合物48	単官能	$(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n \text{CF}_2\text{CF}_2$	$\text{C}_{12}\text{F}_{25}(\text{CH}_2)_5$

## 【0103】 サンプルテープの作製

以上のようにして合成された化合物39～48を潤滑剤として用いた他は、上記実験1と同様にして各種サンプルテープ39～48を作製した。

## 【0104】 耐久性及び走行性の評価

上述のようにして作製された各サンプルテープ39～48を用い、上記実験1と同様に各種使用条件下にて摩擦

係数、スチル耐久性、シャトル耐久性をそれぞれ測定した。なお、比較用として、全く潤滑剤を使用していないブランクテープ（比較例10とする。）についても同様に測定した。この結果を下記の表14に示す。

## 【0105】

## 【表14】

サンプル No.	条 件	摩擦係数	スチル耐久性 (分)	シャトル耐久性 (回)
3 9	25°C, 60%RH	0. 1 9	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
4 0	25°C, 60%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 4	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 3	> 6 0	> 1 5 0
4 1	25°C, 60%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 4	> 6 0	> 1 5 0
4 2	25°C, 60%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 4	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 4	> 6 0	> 1 5 0
4 3	25°C, 60%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 5	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 5	> 6 0	> 1 5 0
4 4	25°C, 60%RH	0. 2 0	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 3	> 6 0	> 1 5 0
4 5	25°C, 60%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 1	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 1	> 6 0	> 1 5 0
4 6	25°C, 60%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 3	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
4 7	25°C, 60%RH	0. 2 2	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 4	> 6 0	> 1 5 0
4 8	25°C, 60%RH	0. 2 1	> 1 2 0	> 1 5 0
	40°C, 30%RH	0. 2 2	> 6 0	> 1 5 0
	-5°C	0. 2 1	> 6 0	> 1 5 0
比較例10	25°C, 60%RH	0. 9	2	3
	40°C, 30%RH	> 0. 9	1	2
	-5°C	> 0. 9	< 1	< 2

【0106】表14に示すように、末端にカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルとフッ化アルキル基を有するアルコールとのエステル化合物を潤滑剤として使用することにより、摩擦係数、スチル耐久性、シャトル耐久性等は、各種条件でも劣化することなく非常に良好な結果が得られた。

【0107】

【発明の効果】以上の説明からも明らかなように、本発明では、非常に優れた潤滑性を有する、末端に水酸基又はカルボキシル基を有するパーフルオロポリエーテルと長鎖カルボン酸又は長鎖アルコール、或いはフッ化アルキル基を有するカルボン酸又はアルコールとのエステル

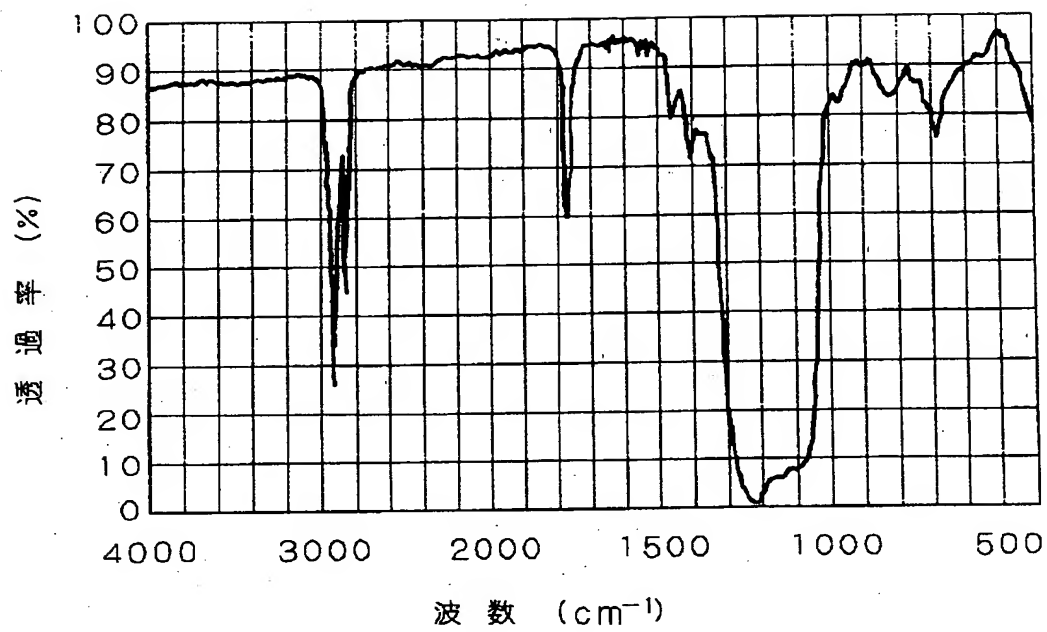
化合物を潤滑剤として使用しているので、如何なる使用条件下でも優れた潤滑性を発揮することができ、しかも長期に亘ってその効果を維持することができる。従って、このエステル化合物を磁気記録媒体における潤滑剤として磁性層の表面に保有せしめれば、走行性、耐久性を著しく向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

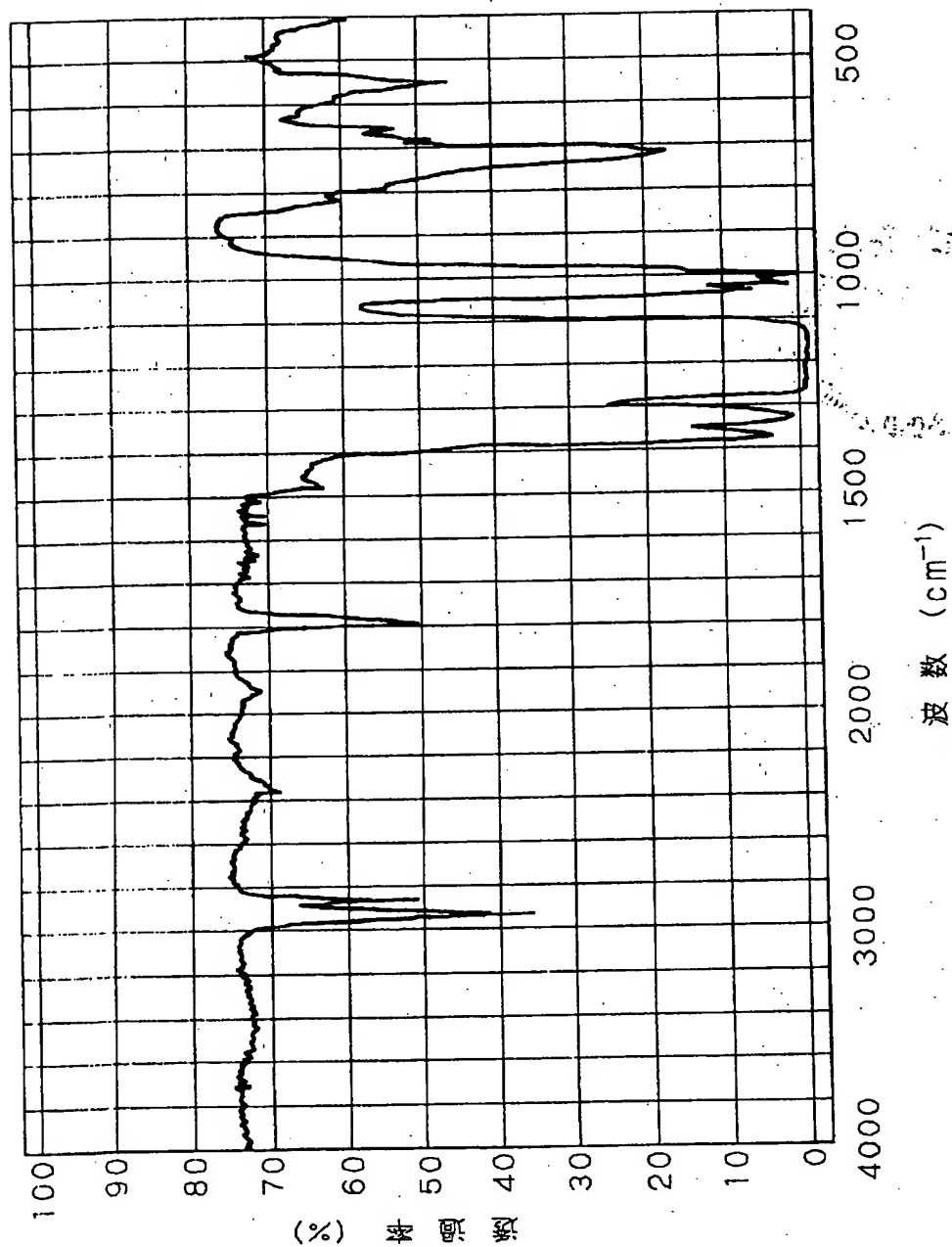
【図1】本発明を適用した潤滑剤の一例の赤外線吸収スペクトルを示す特性図である。

【図2】本発明を適用した潤滑剤の他の例の赤外線吸収スペクトルを示す特性図である。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 田中 宏一  
東京都品川区北品川 6 丁目 7 番 35 号 ソニ  
ー株式会社内